Bestimmung von Strukturfaktoren aus der Feinstruktur der Elektronenbeugungsreflexe bei Durchstrahlung eines makroskopischen Kristallkeils

INAUGURAL-DISSERTATION

zur

Erlangung der Doktorwürde

der

Mathematisch-Naturwissenschaftlichen Fakultät

der Freien Universität Berlin 1961

vorgelegt von

Gunter Lehmpfuhl

aus Berlin

Bestimmung von Strukturfaktoren aus der Feinstruktur der Elektronenbeugungsreflexe bei Durchstrahlung eines makroskopischen Kristallkeils

INAUGURAL-DISSERTATION

zur

Erlangung der Doktorwürde

der

Mathematisch-Naturwissenschaftlichen Fakultät

der Freien Universität Berlin

vorgelegt von

Gunter Lehmpfuhl

aus Berlin

Gutachter: Prof. Dr. K. Molière

Prof. Dr. Dr. Dr. I.N. Stranski

UNIV.
BIBLIOTHEEK
LEIDEN

Tag der mündlichen Prüfung: 12.12.1960

Tag der Promotion: 27. Feb. 1961

Inhaltsverzeichnis

		Seite
I.	Einleitung	1
II.	Theoretische Grundlagen	4
	1. Dynamische Theorie der Elektronenbeugung	4
	2. Kikuchi-Diagramme	13
III.	Experimentelle Anordnung	21
	1. Strahlquelle und Kondensor	21
	2. Objekthalter	23
	3. Objektkammer	26
	4. Registriereinrichtung	26
	5. Ablenkkondensator	27
	6. Spannungsversorgung	27
	7. Vakuumanlage	28
IV.	Präparation	29
V.	Durchführung der Experimente	30
VI.	Auswertung	32
VII.	Diskussion der Meßergebnisse	35
Zusammenfassung		50
Literaturverzeichnis		51

I. Einleitung

Ein polykristallines Pulverpräparat, das aus wenigen, willkürlich orientierten, submikroskopischen Kristallen besteht, liefert bei Durchstrahlung mit Elektronen ein Debye-Scherrer-Diagramm, bei dem die Ringe in Einzelreflexe aufgelöst werden. Bei genügend kleiner Bestrahlungsapertur kann man eine Feinstruktur der einzelnen LAUE-Punkte erkennen. Diese Erscheinung wird von der dynamischen Theorie der Elektronenbeugung beschrieben. Wird nämlich ein keilförmiger Bereich eines Idealkristalls mit Elektronen durchstrahlt, so lösen sich die Materiewellenfelder an der Austrittsseite des Kristalls in einzelne ebene Wellen auf. Sowohl im Interferenzstrahl als auch im unabgelenkten Strahl tritt daher eine Feinstruktur auf. Dieser Effekt der Interferenzbrechung ist bisher nur an submikroskopischen Kristallen von einigen 1000 Å Kantenlänge (meist MgO) untersucht worden[1)2)3)4)]. Allein aus den geometrischen Daten der Aufspaltungsfiguren konnten mit guter Genauigkeit Strukturpotentiale (Strukturfaktoren) und das Elektronenbrechungspotential (mittleres inneres Potential) ermittelt werden. Danach ist es prinzipiell möglich, aus geometrischen Messungen die Struktur der Elementarzelle zu bestimmen. Man umgeht dann die Schwierigkeiten, die mit der üblichen Methode der Strukturbestimmung aus Intensitätsmessungen[5)6)] verbunden sind. Es sei an Mehrfachbeugung, Umweganregung, Absorption und dynamische Effekte erinnert. Eine einfache Auswertung der Feinstrukturen ist allerdings nur möglich, wenn der Fall der Einfachanregung vorliegt, d.h., wenn für eine und nur eine Netzebenenschar die LAUE-Bedingungen exakt oder mit hinreichend kleinem Anregungsfehler erfüllt sind. Bekanntlich sind bei Elektronenbeugungs-Experimenten solche Einstrahlrichtungen, bei denen Einfachanregung vorliegt, nicht leicht zu finden, da die reziproken Gitterpunkte im Verhältnis zum Radius der Ausbreitungskugel $1/\lambda$ sehr eng liegen. Man ist daher im allgemeinen auf den glücklichen Zufall angewiesen, daß das untersuchte Kriställchen gerade die

richtige Lage zum einfallenden Strahl hat, denn es ist äußerst schwierig, mit submikroskopischen Kristallen zu manipulieren. Selbst wenn man ein einzelnes Kriställchen im mikroskopischen Strahlengang mit Hilfe der Feinbereichsbeugung[7)8)] isoliert betrachten kann, so ist es praktisch doch unmöglich, die Lage dieses Kristalls inbezug auf den einfallenden Elektronenstrahl in definierter Weise zu verändern. In gewissen Grenzen ist es allerdings möglich, die Anregungsbedingungen zu variieren. Einmal kann dies durch Änderung der Beschleunigungsspannung (MOLIÈRE u.WAGENFELD[4)]) und zum anderen durch eine kleine Rotation des Präparates um eine Achse geschehen (COWLEY u.Mitarb.[3)]), die senkrecht zum einfallenden Strahl steht. Diese Achse wird aber im allgemeinen willkürlich zu den Kristallachsen liegen. Zu diesen Schwierigkeiten kommt noch hinzu, daß es nur wenige Substanzen gibt, aus denen gut ausgebildete, submikroskopische Kristalle von parallelepipedischer Gestalt hergestellt werden können. Nur für eine solche Kristallform konnten bisher die Strukturpotentiale aus den Feinstrukturen der Reflexe bestimmt werden.

Wegen dieser Schwierigkeiten wurde nun versucht, die Aufspaltung bei der Durchstrahlung eines makroskopischen Kristallkeils zu studieren. Der Keil wurde von zwei frisch gespaltenen aneinanderstoßenden Kristallflächen gebildet. Wird ein solcher Kristallkeil mit Elektronen durchstrahlt, so beobachtet man sowohl im Nullstrahl als auch in den Interferenzstrahlen eine Aufspaltungsfigur. Diese ist nicht so kompliziert, wie die bei der Durchstrahlung submikroskopischer Kristalle auftretenden Feinstrukturfiguren, da nur e i n keilförmiger Bereich durchstrahlt wird. Der große Kristall kann leicht auf einem sehr genau einstellbaren Präparathalter befestigt werden und läßt sich in definierter Weise im Strahl bewegen. Es können Zweistrahlfälle und definierte Mehrstrahlfälle eingestellt werden, da bei geeigneter Bestrahlung des Kristalls das KIKUCHI-Diagramm auf dem Leuchtschirm erscheint und somit eine Möglichkeit besteht, die Kristallstellung zu kontrollieren. Aus der Lage des Nullreflexes im KIKUCHI-Diagramm läßt sich die Kristallorientierung, die zur Auswertung der Reflex-Aufspaltungen be-

kannt sein muß, mit guter Genauigkeit ermitteln.

Ziel der Arbeit war es, an makroskopischen Kristallkeilen die Interferenzbrechung zu studieren und zu untersuchen, inwieweit sich hierbei Strukturpotentiale und Brechungspotentiale bestimmen lassen. Als Kristallmaterial wurde Magnesiumoxyd gewählt.

II. Theoretische Grundlagen

1. Dynamische Theorie der Elektronenbeugung

Die Aufspaltungsfigur der Beugungsreflexe bei Durchstrahlung eines keilförmigen Kristallbereichs kann man in erster Näherung nach der kinematischen Theorie der Elektronenbeugung als Schnitt der Intensitätsbereiche eines reziproken Gitterpunktes mit der Ausbreitungskugel deuten. In der kinematischen Theorie der Elektronenbeugung ist nämlich der Einfluß der Kristallbegrenzung im sogenannten Kristallformfaktor enthalten, vgl.z.B.RAETHER[9]. Durch diesen wird jedem Punkt des reziproken Gitters ein Intensitätsbereich zugeordnet, der ihn symmetrisch umgibt. Beugungsintensität entsteht in denjenigen Richtungen, in welchen die Ewaldsche Ausbreitungskugel mit diesen Intensitätsbereichen zum Schnitt kommt. Bei einem Kristallkeil besitzen die Intensitätsbereiche nach v.LAUE[10] in Richtung der Keilflächennormalen stachelförmige Auswüchse. So wäre eine Aufspaltung der Beugungsreflexe erklärbar. Die Aufspaltung würde aber verschwinden, wenn die BRAGGsche Bedingung exakt erfüllt ist (Anregungsfehler $s = 0$). Hierbei geht nämlich die Ausbreitungskugel genau durch den reziproken Gitterpunkt. Doch gerade in diesem Fall wird eine Aufspaltung beobachtet. Diese Erscheinung kann nur durch die exaktere dynamische Theorie der Elektronenbeugung beschrieben werden. Obwohl in den oben genannten Arbeiten[2)4)] diese Theorie ausführlich behandelt und diskutiert wurde, sollen aus Gründen der besseren Übersicht die Hauptgedanken der dynamischen Theorie kurz zusammengefaßt werden (vgl.z.B. v.LAUE[10] u.BETHE[11]).

Während die kinematische Theorie der Elektronenbeugung vom einzelnen Streuprozeß ausgeht, macht die dynamische Theorie hierüber keine speziellen Annahmen, sondern sie betrachtet im Kristall die Wechselwirkung von Wellenfeldern, die durch die einfallende Welle und die periodische Potentialverteilung im Kristallinnern entstehen. Die Lösung des Problems geht von

der SCHRÖDINGER-Gleichung aus

$$(1) \qquad \Delta\psi + \frac{8\pi^2 m e}{h^2}(E+V)\psi = 0 \quad ^{+)}.$$

Da im Vakuum $V = 0$ ist, wird diese Gleichung durch eine ebene Welle $\psi = \psi_0 e^{i k_0 r}$ befriedigt. Es folgt dann aus (1)

$$|k_0| = K_0 = 2\pi\sqrt{\frac{2 m e E}{h^2}}$$

k_0 ist der Wellenvektor der Vakuumwelle mit der Wellenlänge $\lambda = \frac{2\pi}{|k_0|}$. Im Kristallinneren wird das periodische Potential durch eine FOURIER-Reihe angesetzt

$$(2) \qquad V(r) = \sum_{g_1 g_2 g_3} \phi_{g_1 g_2 g_3} e^{2\pi i (g, r)},$$

wobei g ein Vektor im reziproken Gitter ist mit den Koordinaten g_1, g_2, g_3. Zu summieren ist über alle Tripel g_1, g_2, g_3. Im folgenden wird für die Tripel nur der Index g geschrieben. Im Kristall wird die SCHRÖDINGER-Gleichung nicht durch eine einzelne ebene Welle für alle r befriedigt. Es muß daher eine Überlagerung von ebenen Wellen als Lösung angesetzt werden

$$(3) \qquad \psi = \sum_g \psi_g e^{i(k_g, r)}$$

($k_g = k_0 + 2\pi g$ sind die Wellenvektoren der Partialwellen im Kristall). Mit diesem Ansatz geht man in die SCHRÖDINGER-Gleichung ein

$$\sum_g \psi_g (K_0^2 - k_g^2) e^{i(k_g, r)} + \sum_\ell \psi_\ell e^{i(k_\ell, r)} \cdot K_0^2 \sum_h \frac{\phi_h}{E} e^{i(2\pi g, r)} = 0.$$

Nach Einführung neuer Summationsindizes und Zusammenfassung erhält man

$$(4) \qquad \sum_g \left[\psi_g (K_0^2 - k_g^2) + \sum_h \psi_{g-h} \frac{\phi_h}{E} K_0^2 \right] e^{i(k_g, r)} = 0.$$

+) E Beschleunigungsspannung der Elektronen.

Diese Gleichung kann nur dann für alle $\mathfrak{r}$ befriedigt werden, wenn die Koeffizienten der Exponentialfunktionen einzeln verschwinden. Zur Abkürzung mögen noch folgende Größen eingeführt werden

$$\frac{k_g}{K_0} = \gamma_g \quad , \frac{k_0}{K_0} = \tilde{\gamma}_0 \quad \text{mit} |\tilde{\gamma}_0| = 1 \, , \frac{\phi_h}{E} = \varphi_h \quad \text{und} \quad \frac{2\pi g}{K_0} = \mathfrak{L}_g \, .$$

Der Klammerausdruck in (4) wird damit

$$(5) \qquad \psi_g \left(1 + \varphi_0 - \gamma_g^2\right) + \sum_{h(\neq 0)}' \psi_{g-h} \, \varphi_h = 0 \, .$$

Dieses Gleichungssystem in g stellt die Grundgleichungen der dynamischen Theorie dar und ist die exakte Lösung der SCHRÖDINGER-Gleichung für einen unendlich ausgedehnten Kristall.

Nun soll der Spezialfall der Einfachanregung (Zweistrahl-Fall) betrachtet werden. Es sind dann nur zwei Wellen ψ_0 und ψ stark. Da alle übrigen ψ_h klein sind und da außerdem auch die φ_h nicht groß sind, muß in Gleichung (5) der Koeffizient von ψ_g sehr klein werden

$$(6) \qquad 1 + \varphi_0 - \gamma_g^2 \rightarrow 0 \, .$$

Aus dem Gleichungssystem (5) werden die übrigen ψ_h in der Art berechnet, daß nur die Glieder mit ψ_0 und ψ_g berücksichtigt werden, da alle anderen Produkte $\psi_m \cdot \varphi_n$ klein sind gegenüber den Produkten $\psi_g \cdot \varphi_\ell$ bzw. $\psi_0 \, \varphi_\ell$. Man erhält dann

$$(7) \qquad \psi_\ell = \frac{\psi_g \cdot \varphi_{\ell-g} + \psi_0 \cdot \varphi_\ell}{\gamma_\ell^2 - 1 - \varphi_0} \, .$$

Werden diese Größen in das reduzierte Gleichungssystem (5) eingeführt, so erhält man zwei Gleichungen

$$(8a) \quad \psi_0 \left[\left(1 + \varphi_0 - \gamma_0^2\right) + \sum_{h(\neq 0,g)}'' \frac{\varphi_h \cdot \varphi_{-h}}{\gamma_h^2 - 1 - \varphi_0} \right] + \psi_g \left[\varphi_{-g} + \sum_{h(\neq 0,g)}'' \frac{\varphi_{h-g} \cdot \varphi_{-h}}{\gamma_h^2 - 1 - \varphi_0} \right] = 0$$

und

$$(8b)\quad \Psi_0\left[\gamma_g + \sum_h{}'' \frac{\varphi_{g-h}\cdot\varphi_h}{\gamma_{g-h}^2 - 1 - \gamma_0}\right] + \Psi_g\left[(1+\gamma_0-\gamma_g^2) + \sum_h \frac{\varphi_{-h}\cdot\varphi_h}{\gamma_{g-h}^2-1-\gamma_0}\right] = 0.$$

$(\neq 0,g)$ $\qquad$ $(\neq 0,g)$

Mit den Abkürzungen (BETHEsche Zusatzpotentiale)

$$(9)\quad \sum{}'' \frac{\varphi_{g-h}\cdot\varphi_h}{\gamma_{g-h}^2-1-\gamma_0} = V_{12}\,, \qquad \sum{}'' \frac{\varphi_{h-g}\cdot\varphi_{-h}}{\gamma_h^2-1-\varphi_0} = V_{21}\,,$$

$$\sum{}'' \frac{\varphi_{-h}\cdot\varphi_h}{\gamma_{g-h}^2-1-\gamma_0} = V_{22}\,, \qquad \sum{}'' \frac{\varphi_h\cdot\varphi_{-h}}{\gamma_h^2-1-\gamma_0} = V_{11}\,,$$

wird das Gleichungssystem

$$(10a)\quad \Psi_0\left[(1+\gamma_0-\gamma_0^2)+V_{11}\right] + \Psi_g(\varphi_{-g}+V_{21}) = 0$$

$$(10b)\quad \Psi_0(\varphi_g+V_{12}) + \Psi_g\left[(1+\gamma_0-\gamma_g^2)+V_{22}\right] = 0.$$

Dieses homogene Gleichungssystem besitzt nur Lösungen, wenn die Koeffizientendeterminante verschwindet. Aus dieser Bedingung folgt die Dispersionsgleichung

$$(11)\quad \begin{vmatrix} (1+\gamma_0-\gamma_0^2)+V_{11}\,, & \varphi_{-g}+V_{21} \\ \varphi_g+V_{12}\,, & (1+\gamma_0-\gamma_g^2)+V_{22} \end{vmatrix} = 0.$$

Mit Hilfe der Dispersionsgleichung und der Stetigkeitsbedingung der Tangentialkomponenten der Wellenvektoren an den Grenzflächen werden die Wellenvektoren der austretenden Wellen bestimmt. Zunächst ergeben sich aus der einfallenden Welle $\tilde{\gamma}_0$ die Wellenvektoren im Kristall. Die Kristallwellen unterscheiden sich von ihr nur durch die Normalkomponente in Richtung z_e (vgl.Abb.1)

$$(12a)\quad \gamma_0 = \tilde{\gamma}_0 + \tau_e z_e$$

$$(12b)\quad \gamma_g = \gamma_0 + \varkappa_g = \tilde{\gamma}_0 + \varkappa_g + \tau_e z_e = \tilde{\gamma}_g + \tau_e z_e\,.$$

z_e ist ein Einheitsvektor in Richtung der inneren Normalen der Kristall-Eintrittsfläche und τ_e bezeichnet man als "Anpas-

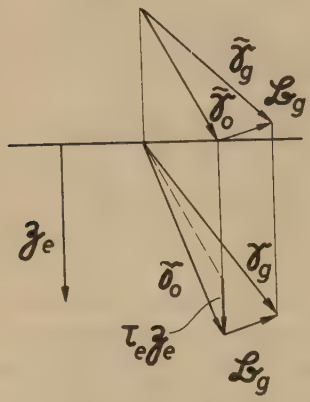


Abb.1. Anschauliche Darstellung der Stetigkeitsbedingung der Tangentialkomponenten der Wellenvektoren an einer Grenzfläche

sung", die aus der Dispersionsgleichung (11) bestimmt wird. Als Anregungsfehler der Interferenz g wird die folgende Größe definiert

$$(13) \qquad s_g = \frac{1}{2}\left(1 - \tilde{\gamma}_g^2\right) \approx |\tilde{\gamma}_o| - |\tilde{\gamma}_g|.$$

Er ist etwa gleich dem Abstand des reziproken Gitterpunktes g von der Ausbreitungskugel (in diesem System mit dem Radius 1). Unter Berücksichtigung des Anregungsfehlers (13) und der Beziehungen (12) erhält man für die Koeffizienten von Ψ_g der Gleichung (5)

$$(14a) \quad 1 + \gamma_c - \gamma_o^2 = \gamma_o - 2\tilde{\gamma}_o \cdot z_e \tau_e - \tau_e^2 \approx \gamma_o - 2\beta_{oe}\tau_e$$

$$(14b) \quad 1 + \gamma_c - \gamma_g^2 = \gamma_c + 2s_g - 2\tilde{\gamma}_g \cdot z_e \tau_e - \tau_e^2 \approx \gamma_o + 2s_g - 2\beta_{ge}\tau_e,$$

denn $\tau_e^2 \ll \tau_e$. Die $\beta_{oe} = \tilde{\gamma}_o z_e$ bzw. $\beta_{ge} = \tilde{\gamma}_g z_e$ sind die Kosinus der Winkel, die die Ausbreitungsvektoren der einfallenden und

der Interferenzwelle mit der inneren Normalen der Eintrittsfläche bilden. Die Dispersionsgleichung (11) nimmt mit (14a) und (14b) folgende Form an

$$(15)\qquad \begin{vmatrix} \gamma_0 - 2\beta_{0e}\tau_e + V_{11} & ; & \gamma_{-g} + V_{21} \\ \gamma_g + V_{12} & ; & \gamma_0 + 2\varrho_g - 2\beta_{ge}\tau_e + V_{22} \end{vmatrix} = 0.$$

Aus dieser Gleichung wird bestimmt. Da beim Magnesiumoxyd $\gamma_{-g} = \gamma_g$, gilt auch nach (9) $V_{12} = V_{21}$. Damit wird

$$(16)\qquad \tau_{e\pm} = \frac{1}{2\beta_{ge}}\left[\varrho_g + \gamma_0\left(1+\frac{B_e}{2\beta_{0e}}\right) + \frac{1}{2}\left(V_{22}+V_{11}\frac{\beta_{ge}}{\beta_{0e}}\right) \pm \right.$$
$$\left. \pm\sqrt{\left\{\varrho_g + \frac{1}{2}\left(V_{22}-V_{11}\frac{\beta_{ge}}{\beta_{0e}}\right) - \gamma_0\frac{B_e}{2\beta_{0e}}\right\}^2 + \frac{\beta_{ge}}{\beta_{0e}}\left(\gamma_g+V_{12}\right)}\right]$$

mit $B_e = \mathfrak{L}_g\, \mathfrak{z}_e$. Es treten im Kristall also zwei Wellenfelder mit je einer Null-Welle und einer Interferenz-Welle auf.

Infolge dieser Wellenfelder treten an der Rückseite des Kristalls die Wellen $\mathfrak{r}_{0+}^{(a)}$, $\mathfrak{r}_{0-}^{(a)}$, $\mathfrak{r}_{g+}^{(a)}$ und $\mathfrak{r}_{g-}^{(a)}$ in den Außenraum. Man

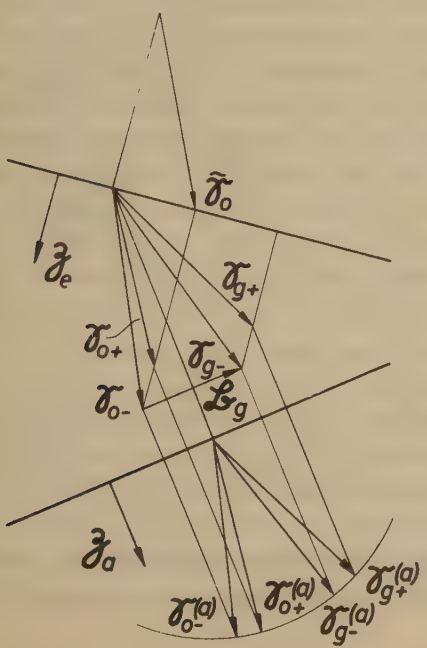


Abb.2. Durchstrahlung eines Kristallkeils. Nur zwei Wellenfelder mit je zwei Partialwellen sind stark. An der Austrittsseite des Kristalls lösen sich die Wellenfelder in einzelne ebene Wellen $\mathfrak{r}_{0+}^{(a)}$, $\mathfrak{r}_{0-}^{(a)}$, $\mathfrak{r}_{g+}^{(a)}$ und $\mathfrak{r}_{g-}^{(a)}$ auf.

erhält die Wellenvektoren wieder aus der Stetigkeitsbedingung und der Tatsache, daß $|\gamma_{g\pm}^{(a)}| = |\gamma_{o\pm}^{(a)}| = 1$,

$$(17a)\quad \gamma_{o\pm}^{(a)} = \gamma_{o\pm} - (\gamma_{o\pm}, \mathfrak{z}_a)\mathfrak{z}_a + \sqrt{1 - \left[\gamma_{o\pm} - (\gamma_{o\pm}, \mathfrak{z}_a)\mathfrak{z}_a\right]^2}\cdot \mathfrak{z}_a$$

$$(17b)\quad \gamma_{g\pm}^{(a)} = \gamma_{g\pm} - (\gamma_{g\pm}, \mathfrak{z}_a)\mathfrak{z}_a + \sqrt{1 - \left[\gamma_{g\pm} - (\gamma_{g\pm}, \mathfrak{z}_a)\cdot\mathfrak{z}_a\right]^2}\cdot \mathfrak{z}_a .$$

$\mathfrak{z}_a$ ist ein Einheitsvektor in Richtung der äußeren Normalen der Austrittsfläche des Kristalls. Unter Vernachlässigung der Glieder mit τ_e^2 vereinfachen sich nach (13) und (12a,b) die Gleichungen (17) zu

$$(18a)\quad \gamma_{o\pm}^{(a)} = \tilde{\gamma}_o + \beta_{oc}\cdot\tau_{e\pm}\cdot\left(\frac{\mathfrak{z}_e}{\beta_{oe}} - \frac{\mathfrak{z}_a}{\beta_{oa}}\right)$$

$$(18b)\quad \gamma_{g\pm}^{(a)} = \tilde{\tilde{\gamma}}_g + \beta_{ge}\cdot\tau_{e\pm}\cdot\left(\frac{\mathfrak{z}_e}{\beta_{ge}} - \frac{\mathfrak{z}_a}{\beta_{ga}}\right) + \rho_g\cdot\frac{\mathfrak{z}_a}{\beta_{ga}} ,$$

wobei $\beta_{oa} = \tilde{\gamma}_o\cdot\mathfrak{z}_a$ und $\beta_{ga} = \tilde{\tilde{\gamma}}_g\cdot\mathfrak{z}_a$ die Richtungskosinus der Wellenvektoren inbezug auf die äußere Normale der Austrittsfläche sind. Wenn Eintritts- und Austrittsfläche nicht parallel sind, so lösen sich die Wellenfelder an der Austrittsseite des Kristalls in einzelne ebene Wellen mit unterschiedlichen Ausbreitungsvektoren auf (s.Abb.2). Im Zweistrahlfall beobachtet man also vier ebene Wellen. Sowohl der Null-Strahl als auch der Interferenz-Strahl zeigen eine Feinstruktur. Der Winkel, den die Wellenvektoren im Null-Strahl bzw. im Interferenz-Strahl miteinander bilden, ergibt sich aus den Differenzvektoren $\Delta\gamma_c$ und $\Delta\gamma_g$, da

$$(19a)\quad \Delta\gamma_c = \gamma_{o+}^{(a)} - \gamma_{o-}^{(a)} = (\tau_{e+} - \tau_{e-})\cdot\beta_{oc}\cdot\left(\frac{\mathfrak{z}_e}{\beta_{oe}} - \frac{\mathfrak{z}_a}{\beta_{oa}}\right)$$

$$(19b)\quad \Delta\gamma_g = \gamma_{g+}^{(a)} - \gamma_{g-}^{(a)} = (\tau_{e+} - \tau_{e-})\cdot\beta_{ge}\cdot\left(\frac{\mathfrak{z}_e}{\beta_{ge}} - \frac{\mathfrak{z}_a}{\beta_{ga}}\right).$$

$\tilde{\gamma}_o$ ist die Ausbreitungsrichtung der einfallenden Welle. Für die Auswertung ist noch die folgende Größe von Interesse

$$(19c)\quad \gamma = \gamma_{o+}^{(a)} - \tilde{\gamma}_o + \gamma_{o-}^{(a)} - \tilde{\gamma}_o = (\tau_{e+} + \tau_{e-})\cdot\beta_{oe}\left(\frac{\zeta_e}{\beta_{oe}} - \frac{\zeta_a}{\beta_{oa}}\right),$$

auf die weiter unten eingegangen werden soll.

Bei den Untersuchungen am MgO wird der keilförmige Bereich eines Kristallwürfels von 1-2 mm Kantenlänge durchstrahlt. Wegen der Absorption der Elektronen im Kristall hat der durch-

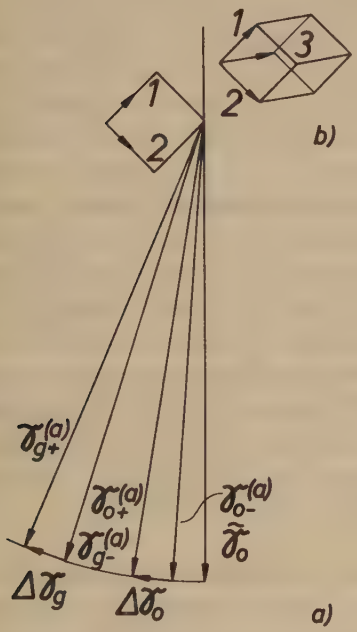


Abb.3a. Aufspaltung des Null-Strahls und des Interferenz-Strahls bei Durchstrahlung des keilförmigen Bereichs eines makroskopischen MgO-Kristallwürfels. Ein Teil des Primärstrahls geht in Richtung $\tilde{\gamma}_o$ am Kristall vorbei.

b. Die Achsen des Kristalls.

strahlte Bereich der Kante nur eine geringe Ausdehnung von einigen 100 Å in das Kristallinnere hinein. Beim Experiment taucht der Kristall wenige μ in den Strahl, so daß ein beträchtlicher Anteil des Elektronenstrahls am Kristall vorbeigeht. Die Abb.3a zeigt den schematischen Strahlengang. Auf dieses Beispiel sollen die Beziehungen (19a,b u.c) angewandt werden. Die Achsen des Kristalls sind mit 1,2,3 bezeichnet (s.Abb.3b). ζ_e hat die Richtung [$\bar{1}$00] und ζ_a die Richtung [010].

Die Differenzvektoren $\Delta\vec{\gamma}_e$ und $\Delta\vec{\gamma}_g$ sowie der Vektor $\vec{\gamma}$ liegen in der Ebene, die von $\vec{\gamma}_e$ und $\vec{\gamma}_a$ aufgespannt wird, also in der (001)-Ebene. Da bei den Experimenten im allgemeinen $\beta_{oe} \approx \beta_{oa}$ und $\beta_{ge} \approx \beta_{ga}$, liegt $\Delta\vec{\gamma}_o$ bzw. $\Delta\vec{\gamma}_g$ nahezu parallel zur [110]-Achse, die senkrecht auf der Keilkante (mit der Richtung [001]) steht. Die Aufspaltung steht daher annähernd senkrecht auf der Projektion der Keilkante auf den Leuchtschirm. Auf der Photoplatte wird der Abstand der Feinstrukturreflexe im LAUE-Punkt und im Null-Strahl ausgemessen. Zwischen den Beträgen der Differenzvektoren $\Delta\vec{\gamma}_e$, $\Delta\vec{\gamma}_g$ und $\vec{\gamma}$ aus Gleichung (19a,b,c) und diesen Abständen bestehen die einfachen Beziehungen

$$(19d)\quad L\cdot|\Delta\vec{\gamma}_e| = \bar{r}_o = \bar{r}_{o+} - \bar{r}_{o-}, \qquad L\cdot|\Delta\vec{\gamma}_g| = \bar{r}_g, \qquad L\cdot|\vec{\gamma}| = \bar{r}_{o+} + \bar{r}_{o-},$$

mit L = Abstand Kristall-Photoplatte.

In die Gleichungen (19) sollen nun die Werte τ_{o+} und τ_{o-} nach (16) eingesetzt werden. Es ergibt sich.

$$(20a)\quad |\Delta\vec{\gamma}_e| = \sqrt{\frac{1}{\beta_{oe}^2} + \frac{1}{\beta_{oa}^2}} \cdot \sqrt{\left\{\varphi_g + \tfrac{1}{2}\left(V_{22} - V_{11}\frac{\beta_{ge}}{\beta_{oe}}\right) - \varphi_o\frac{B_e}{2\beta_{oe}}\right\}^2 + \frac{\beta_{ge}}{\beta_{oe}}\left(\varphi_g + V_{12}\right)^2}$$

$$(20b)\quad |\Delta\vec{\gamma}_g| = \sqrt{\frac{1}{\beta_{ge}^2} + \frac{1}{\beta_{ga}^2}} \cdot \sqrt{\left\{\varphi_g + \tfrac{1}{2}\left(V_{22} - V_{11}\frac{\beta_{ge}}{\beta_{oe}}\right) - \varphi_o\frac{B_e}{2\beta_{oe}}\right\}^2 + \frac{\beta_{ge}}{\beta_{oe}}\left(\varphi_g + V_{12}\right)^2}$$

$$(20c)\quad |\vec{\gamma}| = \sqrt{\frac{1}{\beta_{oe}^2} + \frac{1}{\beta_{oa}^2}} \cdot \left(\varphi_g + \varphi_o\left(1 + \frac{B_e}{2\beta_{oe}}\right) + \tfrac{1}{2}\left(V_{22} + V_{11}\frac{\beta_{ge}}{\beta_{oe}}\right)\right),$$

da $\vec{\gamma}_e\,\vec{\gamma}_a = 0$. Bei den Experimenten werden nur solche Interferenzen angeregt, für die $\beta_{ge} \approx \beta_{oe}$ und außerdem $\frac{B_e}{2\beta_{oe}} \approx 10^{-2} \ll 1$. Führt man zur Vereinfachung der Beziehungen (20) noch die Abkürzungen

$$\varphi_g' = \varphi_g + \tfrac{1}{2}\left(V_{22} - V_{11}\right) - \varphi_o\frac{B_e}{2\beta_{oe}}$$

$$\varphi_o' = \varphi_o + \tfrac{1}{2}\left(V_{22} + V_{11}\right)$$

$$\varphi_g' = \varphi_g + V_{12}$$

ein, so erhält man

(21a) $$|\Delta\gamma_0| = \sqrt{\frac{1}{\beta_{0e}^2} + \frac{1}{\beta_{0a}^2}} \cdot \sqrt{(\varrho_g')^2 + (\gamma_g')^2}$$

(21b) $$|\Delta\gamma_g| = \sqrt{\frac{1}{\beta_{ge}^2} + \frac{1}{\beta_{ga}^2}} \cdot \sqrt{(\varrho_g')^2 + (\gamma_g')^2}$$

(21c) $$|\gamma| = \sqrt{\frac{1}{\beta_{0e}^2} + \frac{1}{\beta_{0a}^2}} \cdot \left(\varrho_g + \gamma_0'\right).$$

Die Zusatzpotentiale V_{ik} können vernachlässigt werden, wenn keine anderen Interferenzen außer g schwach angeregt sind. Ist außerdem $\gamma_0 \cdot \beta_e / 2\beta_{0e} \ll \varrho_g$, so treten in (21) an die Stelle der gestrichenen Größen γ_0', γ_g' und ϱ_g' die ungestrichenen. Der Einfluß von Nebenanregungen muß jedoch von Fall zu Fall abgeschätzt werden.

Aus diesen Meßgrößen $|\Delta\gamma_{0,g}| \cdot L$ werden das Strukturpotential $\phi_g = E \cdot \gamma_g$ und aus $|\gamma| \cdot L$ das Elektronenbrechungspotential $\phi_0 = E \cdot \gamma_0$ bestimmt. Allerdings müssen die Richtungskosinus des einfallenden Elektronenstrahls inbezug auf die Kristallachsen, der Anregungsfehler ϱ_g und die Beschleunigungsspannung E der Elektronen bekannt sein. Diese Größen können in einfacher Weise aus dem KIKUCHI-Diagramm bestimmt werden, das man dann erhält, wenn man den Elektronenstrahl auf die Kristallkante fokussiert, ohne dabei die Kristallstellung zu verändern.

2. Kikuchi-Diagramme

Mit hinreichender Genauigkeit kann die Richtung $\tilde{\gamma}_0$ des einfallenden Elektronenstrahls aus der Lage des Null-Reflexes im KIKUCHI-Diagramm bestimmt werden. Zur Berechnung der Anregungsfehler schwacher Nebenanregungen, deren Einfluß durch die Zusatzpotentiale berücksichtigt wird, benötigt man die Richtungskosinus β_{0i} (i = 1,2,3) von $\tilde{\gamma}_0$ inbezug auf die Koordinatenachsen des Kristalls. Der Anregungsfehler hängt mit ihnen folgendermaßen zusammen:

(22) $$\varrho_g = \frac{1}{2}\left(1 - \tilde{\gamma}_g^2\right) = \frac{1}{2}\left(-2\tilde{\gamma}_0 \mathcal{H}_g - \mathcal{H}_g^2\right)$$

$$\varrho_g = -\frac{\lambda}{a}\sum_{i=1}^{3} g_i \beta_{0i} - \frac{1}{2}\left(\frac{\lambda}{a}\right)^2 \cdot \sum_{i=1}^{3} g_i^2 \qquad 2)$$

(Es war $\mathfrak{G}_g = \frac{2\pi g}{K_0}$ mit $K_0 = \frac{2\pi}{\lambda}$ und $g = \sum_{i=1}^{3} g_i \alpha_i^*$ (g_i ganzzahlig) ein Vektor im reziproken Gitter. Zwischen den Grundtranslationen α_i im Kristallgitter und denen im reziproken Gitter α_i^* besteht die Beziehung $\alpha_i \alpha_j^* = \delta_{ij}$. Da $\tilde{\gamma}_0 = \sum_{i=1}^{3} \beta_{0i} \frac{\alpha_i}{|\alpha_i|}$ ein Einheitsvektor im Kristallgitter und beim MgO $|\alpha_1| = |\alpha_2| = |\alpha_3| = a$ gleich der Gitterkonstanten ist, gilt $\tilde{\gamma}_0 \mathfrak{G}_g = \frac{\lambda}{a} \sum_{i=1}^{3} g_i \beta_{0i}$ und entsprechend $\mathfrak{G}_g^2 = \left(\frac{\lambda}{a}\right)^2 \sum_{i=1}^{3} g_i^2$.)

Das KIKUCHI-Diagramm (vgl.z.B.RAETHER[9], FINCH u.Mitarb.[12]) entsteht durch kohärente Streuung von Elektronen, die im Kristall einen kleinen Energieverlust erlitten haben. Die unelastisch gestreuten Elektronen erfüllen einen recht großen Raumwinkelbereich und erzeugen im Beugungsdiagramm einen Untergrund, dessen Intensitätsverteilung sehr stark mit wachsendem Streuwinkel abnimmt. In dem diffusen Bündel gibt es solche Strahlrichtungen γ_0', für die an einer Netzebene $(g_1 g_2 g_3)^{+)}$ die BRAGG-Bedingung erfüllt ist, die also unter dem BRAGGschen Winkel ϑ auf die Netzebene treffen. Diese Richtungen liegen

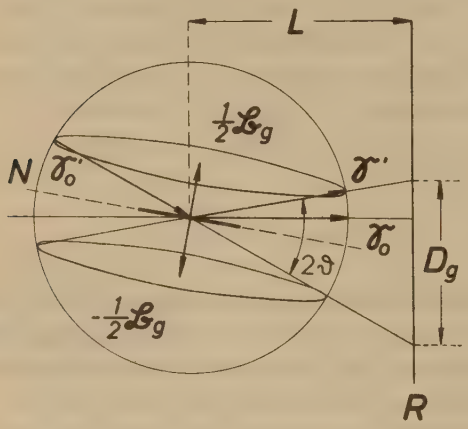


Abb.4. Zur Entstehung des Kikuchi-Diagramms. γ_0 Richtung des einfallenden Strahls, γ_0' Richtung eines Strahls aus dem durch unelastische Streuung entstehenden diffusen Bündel, für den an der Netzebene N die Bragg-Bedingung erfüllt ist, γ' Richtung des reflektierten Strahls $\mathfrak{G}_g$ der Vektor des reziproken Gitters, der der Netzebene N entspricht und R die Registrierebene.

+) $g_1 g_2 g_3$ sind die Millerschen Indizes der Ebene (vgl. M.v.LAUE[10]).

im Raum auf dem Mantel eines Doppelkegels, dessen Achse senkrecht auf der Netzebene steht (s.Abb.4). Der Schnitt dieses sehr weit geöffneten Doppelkegels mit der Registrierebene R liefert eine Hyperbel, die aber so schwach gekrümmt ist, daß sie im Bereich der Photoplatte als Geradenpaar erscheint. Der gegenseitige Abstand D_g dieses Kikuchi-Linienpaares ist näherungsweise

$$D_g \approx 2 \cdot L \cdot \sin\vartheta = L \cdot \lambda \cdot \frac{1}{d_{g_1 g_2 g_3}} \qquad (23)$$

(L = Beugungslänge, λ = Wellenlänge, $d_{g_1 g_2 g_3}$ = gegenseitiger Abstand der Netzebenen $(g_1 g_2 g_3)$ und n die Ordnung der Interferenz.) Er hängt von der Wellenlänge ab. Das Kikuchi-Liniensystem ist fest mit dem Kristall verbunden. Aus der Lage des Null-Reflexes in diesem Diagramm können daher die Richtungskosinus des Vektors $\tilde{\gamma}_0$ angegeben werden. Dazu ist jedoch eine genaue Indizierung des Diagramms notwendig und zwar des Ausschnittes, der durch die Versuchsbedingungen gegeben ist.

Bei den Experimenten wird annähernd parallel zur (110)-Ebene eingestrahlt. Der Kristall wird um die [001]-Achse nur wenig (etwa $\pm 3^\circ$), dagegen um die [110]-Achse um größere Winkel (bis $\pm 50^\circ$) gedreht (vgl.Abb.3b). Von Interesse ist daher der Teil des KIKUCHI-Diagramms, welcher dem (220)-Band benachbart ist. Er liegt auf einer Zylinderfläche um den Kristall. Das Diagramm kann leicht konstruiert werden, indem man die Schnittlinien des Zylindermantels, dessen Radius gleich der Beugungslänge L ist, mit den Netzebenen zeichnet. Die den Netzebenen $(g_1 g_2 g_3)$ entsprechenden Kikuchi-Linienpaare sind dann hierzu parallel mit einem Abstand $\pm \frac{1}{2} D_g$ nach Gl.(23). Zur Konstruktion werden nur die Zonenachsen berücksichtigt, die in der (110)-Ebene liegen. (Eine Zonenachse ist die gemeinsame Schnittlinie mehrerer Netzebenen.) Da die Normalen $\mathfrak{k}$ aller Ebenen, die zu einer Zone gehören auf der Zonenachse $\mathfrak{f}$ senkrecht stehen, gilt allgemein

$$\mathfrak{k}\,\mathfrak{f} = k_1 h_1 + k_2 h_2 + k_3 h_3 = 0 \qquad (24)$$

Für eine vorgegebene Zonenachse sind nach dieser Beziehung alle zugehörigen Ebenen zu finden. Hierbei ist jedoch auf die durch den Strukturfaktor bedingten Auslöschungen zu achten. Hat man die Ebenen k^j der Zone ζ^i gefunden, so müssen noch die Winkel bestimmt werden, die sie mit der (110)-Ebene bilden. Diese Winkel ε ergeben sich aus den inneren Produkten der Ebenen-Normalen

$$(25) \qquad \cos\varepsilon = u_{(k_1 k_2 k_3)} \cdot u_{(110)} = \frac{k_1 + k_2}{\sqrt{k_1^2 + k_2^2 + k_3^2} \cdot \sqrt{2}} .$$

Alle Zonenachsen, die in der (110)-Ebene liegen, stehen auf dem Vektor [110], der selbst orthogonal zur Ebene ist, senkrecht. Sie haben daher die spezielle Form

$$\zeta = h_1 a_1 - h_1 a_2 + h_3 a_3 ,$$

wenn a_1, a_2, a_3 die Grundtranslationen im Kristallgitter und die h_1, h_3 ganze Zahlen sind. Damit wird aus Gl.(24)

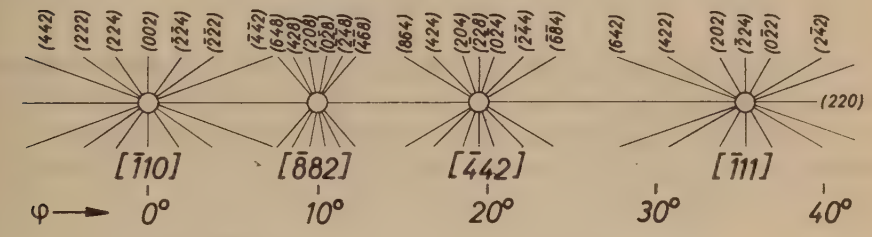
$$(24a) \qquad k_2 - k_1 = k_3 \cdot \frac{h_3}{h_1} .$$

Aus (24a) und (25) sieht man, daß die Linien $(k_1 k_2 k_3)$ und $(\bar{k}_2 \bar{k}_1 k_3)$, die zur gleichen Zone gehören, symmetrisch zur Spur der (110)-Ebene liegen. Die Kikuchi-Linien $(k_1 k_2 k_3)$ und $(\bar{k}_1 \bar{k}_2 \bar{k}_3)$ liegen parallel zur Spur der $(k_1 k_2 k_3)$-Ebene im Abstand $\pm \frac{1}{2} L \frac{\lambda}{a} \sqrt{\sum k_i^2}$. Die Zonenachse schließt mit der [001]-Achse den Winkel $\alpha = 90^\circ - \varphi$ ein

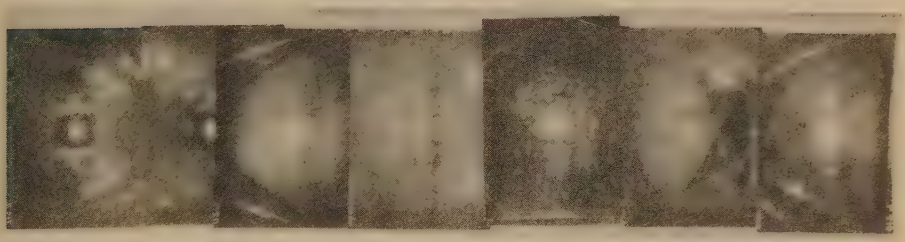
$$\cos\alpha = \frac{h_3}{\sqrt{h_1^2 + h_2^2 + h_3^2}} = \sin\varphi .$$

Rollt man den Zylinder ab, so erhält man ein Panorama mit den Spuren der Netzebenen für die verschiedenen Zonenachsen. Dort, wo die $[\bar{1}10]$-Achse den Zylindermantel durchstößt, liegt der Null-Punkt für den Winkel φ (s.Abb.5a). Das Diagramm ist symmetrisch in bezug auf die $[\bar{1}10]$-Zone.

Zur Analyse des KIKUCHI-Diagramms geht man nun so vor, daß zunächst eine Panorama-Aufnahme gemacht wird (Abb.5b), indem der Kristall bei jeder folgenden Aufnahme um etwa 8° um die [110]-Achse gedreht wird. Man erhält dann eine Reihe von aneinanderstoßenden Tangentialebenen um den Zylindermantel. Dieses Diagramm wird durch Vergleich mit dem konstruierten indiziert.



a)



b)

Abb.5. a) Spuren der Netzebenen für verschiedene Zonenachsen. b) Panorama-Aufnahme des Kikuchi-Diagramms.

Die Richtungskosinus $\beta_{o1}, \beta_{o2}, \beta_{o3}$ erhält man aus dem Abstand des Null-Reflexes von der Spur der (110)-Ebene und aus dem Abstand von einer Geraden, die durch die nächste Zone geht und senkrecht auf der (110)-Spur steht (s.Abb.6a).

Nach Abb.6b und 6c ist

$$\beta_{01} = -\frac{1}{\sqrt{2}}\left\{\cos\Delta\vartheta\cos(\varphi+\Delta\varphi) - \sin\Delta\vartheta\right\}$$

(26)
$$\beta_{02} = \frac{1}{\sqrt{2}}\left\{\cos\Delta\vartheta\cos(\varphi+\Delta\varphi) + \sin\Delta\vartheta\right\}$$

$$\beta_{03} = \cos\Delta\vartheta\sin(\varphi+\Delta\varphi).$$

Mit Hilfe der Richtungskosinus (26) kann nun der Anregungsfehler (22) angegeben werden. Für die angeregte Interferenz läßt er sich jedoch genauer bestimmen, wenn man den Winkelabstand des Reflexes g von der zugehörigen Kikuchi-Linie g ermittelt.

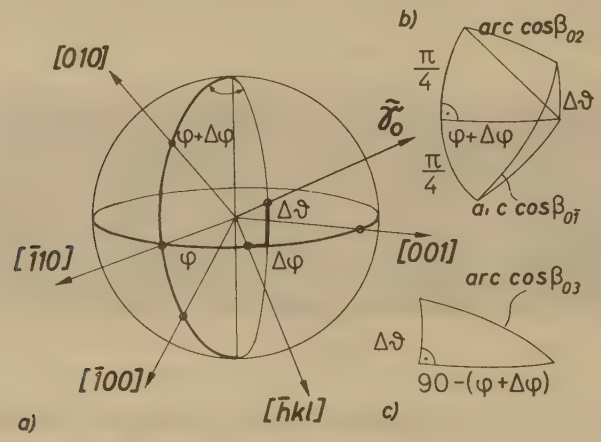


Abb.6a. Lage des Nullstrahls im Koordinatensystem des Kristalls.
b. Kugeldreieck zur Bestimmung von β_{01} u. β_{02}.
c. Kugeldreieck zur Bestimmung von β_{03}.
$\varphi+\Delta\varphi = \varphi'$.

Dieser Winkelabstand hängt mit dem Anregungsfehler in einfacher Weise zusammen (vgl.dazu Abb.7). Es ist nach (22)

$$s_g = -\left(\mathfrak{K}_g, \tilde{\gamma}_0 + \frac{1}{2}\mathfrak{K}_g\right).$$

Nun gilt

$$\frac{1}{2}|\mathfrak{H}_g| = \sin\vartheta_g$$

und

$$(\mathfrak{H}_g, \tilde{\mathfrak{r}}_i) = |\mathfrak{H}_g| \cos(\mathfrak{H}_g \tilde{\mathfrak{r}}_i) = -|\mathfrak{H}_g| \cos(-\tilde{\mathfrak{r}}_0 \mathfrak{H}_g) = -|\mathfrak{H}_g| \sin\vartheta$$

damit wird

$$s_g = |\mathfrak{H}_g|(\sin\vartheta - \sin\vartheta_g).$$

$\sin\vartheta$ ist die Projektion von $\tilde{\mathfrak{r}}_i$ auf $\mathfrak{H}_g$ und ϑ_g ist der exakte BRAGG-Winkel. Die Differenz beider Winkelfunktionen ist bei kleinen Winkeln etwa $\Delta\vartheta_g$. Damit wird also

(27) $$s_g \approx |\mathfrak{H}_g| \cdot \Delta\vartheta_g \quad ^{+)}.$$

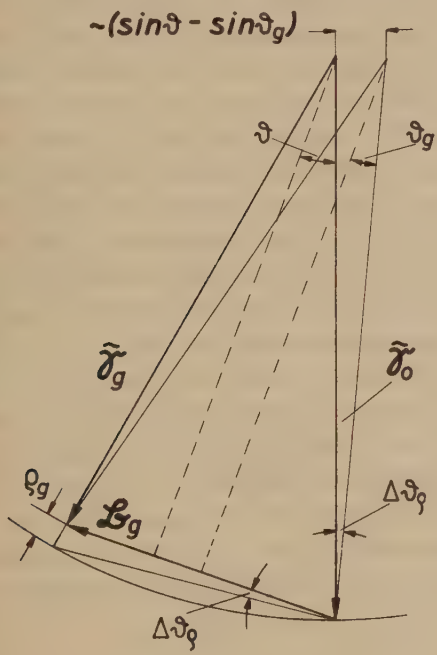


Abb.7. Zur Definition des Anregungsfehlers s_g. Der Winkelabstand des Reflexes g von der Kikuchi-Linie g ist in guter Näherung $(\sin\vartheta - \sin\vartheta_g) \approx \Delta\vartheta_g$

+) Hierbei ist auf das Vorzeichen von $\Delta\vartheta_g$ zu achten. Liegt g innerhalb der Ausbreitungskugel, so ist $\Delta\vartheta_g > 0$, liegt dagegen g außerhalb, so wird $\Delta\vartheta_g < 0$.

Die Wellenlänge der Elektronen wird ebenfalls aus dem KIKUCHI-Diagramm bestimmt. Da die zur Ausmessung geeigneten Linienpaare im allgemeinen unsymmetrisch zum Null-Reflex liegen, müssen bei einer genauen Wellenlängen-Bestimmung diese Abweichungen berücksichtigt werden. Ist D der gegenseitige Abstand des Linienpaares in der Registrierebene und sind a_1 und die Abstände der Linien vom Null-Reflex mit $a_1 + a_2 = D$, so erhält man für die Wellenlänge mit a = Gitterkonstante

$$\lambda = \frac{a}{\sqrt{\sum_{i=1}^{3} g_i^2}} \left[\frac{D}{L} \left\{ 1 - \frac{1}{24} \left(\frac{D}{L} \right)^2 \right\} - \frac{1}{3} \frac{a_1^3 + a_2^3}{L^3} \right]. \tag{28}$$

III. Experimentelle Anordnung

Für diese Untersuchungen wurde eine Apparatur aufgebaut, die insbesondere dem speziellen Problem angepaßt war, die aber auch eine allgemeine Anwendung der Elektronenbeugung in Reflexion und Durchstrahlung erlaubt. Sie wurde, soweit es möglich war, mit kommerziellen Bauelementen aufgebaut. In Abb.8 ist die Apparatur schematisch dargestellt.

1. Strahlquelle und Kondensor

Zur Erzielung einer großen Variationsmöglichkeit der Bestrahlungsverhältnisse wurde der Strahlkopf mit Feinstrahlkondensor des Siemens Elmiskop I verwendet. Mit dieser Anordnung lassen sich Bestrahlungsapertur (das ist die Hälfte des größten Winkels, unter dem sich die Elektronenstrahlen in einem Objektpunkt schneiden), Objektstromdichte und bestrahlter Bereich des Objektes in weiten Grenzen variieren. Außerdem kann das gesamte Bestrahlungssystem sowohl auf einer Kugelfläche, deren Mittelpunkt im Objekt liegt, als auch horizontal auf einem Kreuztisch verschoben werden. Der kleinste Fokusdurchmesser bei Fokussierung auf das Objekt ist dort etwa 2μ, wobei sich die Bestrahlungsapertur aus der Größe der Kondensoraperturblende ergibt. In einem Blendenschieber befinden sich drei verschiedene Kondensoraperturblenden, die während des Betriebes nacheinander in den Strahl gebracht werden können. Wird auf den Leuchtschirm fokussiert, so ist dort der Strahldurchmesser etwa 12μ, womit sich für das Objekt eine minimale Bestrahlungsapertur von $1{,}3 \cdot 10^{-5}$ ergibt. Die Variation der Brennweiten der Kondensorlinsen erlaubt eine Schattenabbildung[13] des Präparates, deren Auflösungsgrenze etwa bei 1μ liegt.

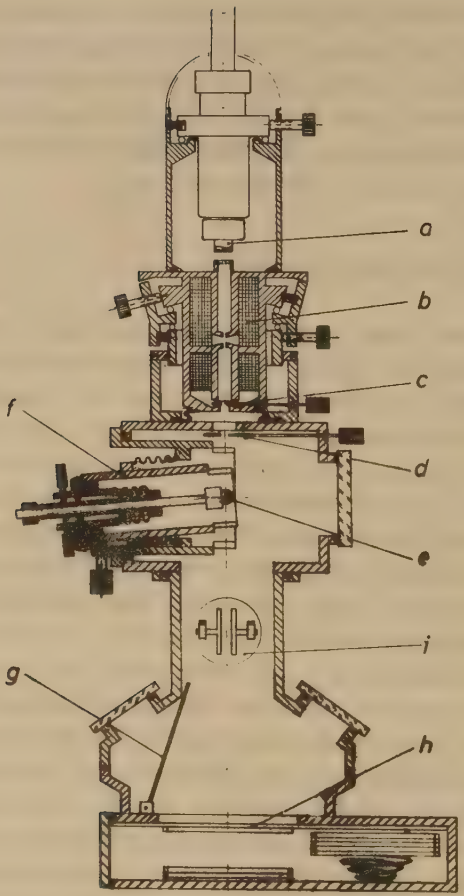


Abb.8. Schnitt durch die Beugungsapparatur. a und b Strahlkopf und Feinstrahlkondensor des Siemens Elmiskop, c Kondensoraperturblende, d Streuelektronenblende, e Präparat, f Objekthalter, g Leuchtschirm (hochgeklappt), h Photoplatte und i Ablenkkondensator.

2. Objekthalter

Da speziell für die Kantendurchstrahlung die Bewegung und Einstellung des Präparates im Elektronenstrahl reproduzierbar mit großer Genauigkeit erfolgen muß, wurde für diese Untersuchungen ein besonderer Objekthalter konstruiert[+]. Wie bereits weiter oben erwähnt wurde, ist der Fokusdurchmesser bei Fokussierung auf das Objekt etwa 2μ. Bei einer Bewegung des Präparates und damit bei einer Änderung der Einstrahlrichtung sollte der untersuchte Kristallbereich im Elektronenstrahl bleiben. Diese Forderung konnte trotz der vielen Freiheitsgrade des Objekthalters nahezu erfüllt werden.

Für die Präparatbewegung wurden folgende Freiheitsgrade gewählt (s.Abb.9): eine Rotation (1) um etwa 10° zur Variation des Einfallswinkels der Elektronen, eine weitere Rotation (2) um 360° (Azimut), deren Achse senkrecht auf der ersten Rotationsachse steht. Außerdem drei aufeinander senkrecht stehende Translationen (3,4,5), die es ermöglichen, jede beliebige Stelle der Kristalloberfläche in den Elektronenstrahl zu bringen. Schließlich zwei Rotationsfreiheitsgrade um etwa $\pm 7^{\circ}$ zur Justierung des Präparates, die senkrecht aufeinander und auf der Azimutachse (2) stehen. Da es schwierig ist, den Kristall in definierter Lage auf dem Präparattischchen zu befestigen, erweist sich diese Justierung als notwendig. Bei Durchführung der Untersuchungen ist es oft wünschenswert, eine vorgegebene Richtung im Kristall parallel zur Azimutachse einzustellen. Beispielsweise soll die Azimutachse bei Reflexionsbeugung genau senkrecht auf der Kristalloberfläche stehen.

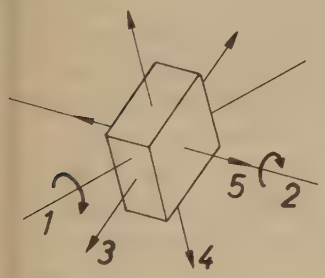


Abb.9. Freiheitsgrade der Objektbewegung.

[+] Für viele Anregungen und wertvolle Hinweise möchte ich Herrn F.Stöcklein an dieser Stelle meinen Dank aussprechen.

Die Freiheitsgrade zusammen mit der geforderten Genauigkeit legten im wesentlichen das Prinzip des Präparathalters fest. Von bereits bekannten Präparathaltern[14)15)16)] schien nur ein Verstelltisch von E.RUSKA und F.STÖCKLEIN[17)] für eine Verbesserung beeignet zu sein. Es wurde das gleiche Prinzip angewendet (s.Abb.10). Ein Rohr a enthält zwei Kugellager aus Beryllium-Bronze (zur Vermeidung störender Magnetfelder) auf gemeinsamer Achse. Um diese Achse wird ein Rohr b um etwa 10^{o} durch Einstellung mit einem Feintrieb geschwenkt. Die Kugellager sind etwas verspannt, um einen Schlupf zu vermeiden. a und b sind durch einen Federungskörper vakuumdicht verbunden. Im Rohr b sitzt in einem exzentrischen Ring ein Drahtkugellager. Dieses Drahtkugellager hat einen sehr geringen Schlupf. Seine Achse wird mit Hilfe des Exzenters mit der gemeinsamen Achse der beiden Kugellager in a zum Schnitt gebracht. Das Drahtkugellager nimmt ein Rohr c auf, das über einen losefreien durch Mikrometertriebe einstellbaren Kreuztisch (Translationen (3) und (4) mit einem Rohr d verbunden ist. Durch einen Federungskörper sind die beiden Rohre vakuumdicht miteinander verbunden. Im Rohr d läuft mit sehr genauer Passung ein Rohr e, das den Justierkopf f mit einer Fassung zur Präparataufnahme g hält. Das Rohr e läßt sich in Richtung der Drehachse (2) durch den Trieb h verschieben. Dies ist die dritte Translation, durch die der Kristall in den Strahl hineingeschoben werden kann. Der Elektronenstrahl muß durch den Schnittpunkt der beiden Rotationsachsen gehen. Durch die Kreuztischverschiebung (3) und (4) zusammen mit der Translation (5) kann jeder gewünschte Objektbereich in diesen Punkt gebracht werden. Die Translationsbewegungen und die beiden Rotationen sind an entsprechenden Skalen abzulesen.

Aus der Zeichnung ist auch das Prinzip der Justierung zu erkennen. Die Rotationsachsen der Justierung stehen nahezu senkrecht auf der Azimutachse (2). Sie schneiden sich ungefähr im Objekt. Der Kristall wird auf die Stirnseite einer kleinen Schraube geklebt und mit einem Spezialschlüssel in eine Fassung im Justierkopf eingesetzt. Die Justierung wird unter gleichzeitiger Beobachtung des Leuchtschirmbildes vorgenommen.

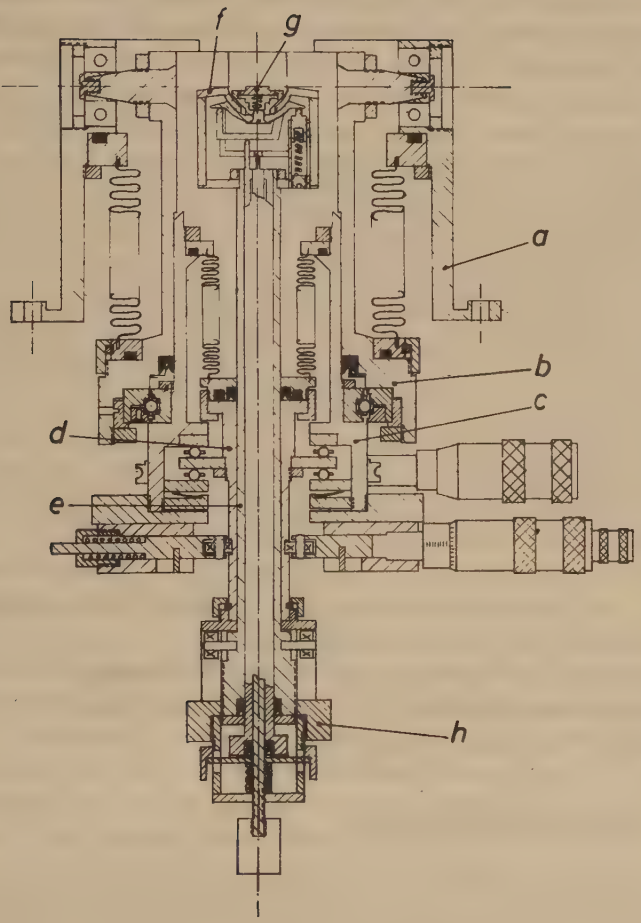


Abb.10. Schnitt durch den Objekthalter. Die Richtung des Elektronenstrahls ist senkrecht zur Zeichenebene.

3. Objektkammer

Der Präparathalter ist an einem großen Tubus angeflanscht, der genügend Platz für Zusatzeinrichtungen zur Objektbehandlung und Objektbeobachtung bietet. Dem Kristall gegenüber befindet sich ein großes Fenster, durch das auch der Präparatwechsel vorgenommen werden kann. Es ist also nicht nötig, hierzu den Kristallhalter auszubauen. Durch dieses Fenster kann der Kristall mit einem Fernrohr betrachtet werden. Ein weiteres Fenster dient zur Aufnahme eines Entladers. Bei nichtleitenden Kristallen treten häufig störende Aufladungen des Präparates auf, die eine Beobachtung des Beugungsbildes stören. Diese Aufladungen werden z.T. dadurch beseitigt, daß Elektronen von etwa 400 V und einigen 100 mA in die Nähe des Objektes gestrahlt werden[17]. Der Kristall selbst wird hierbei nicht bestrahlt. Ein drittes Fenster ist für die Aufnahme eines Ionenstrahlers zum Abtragen dünner Oberflächenfilme vorgesehen[18]. In diesem Tubus befinden sich über dem Präparat vier verschiedene Streuelektronenblenden in einem Schieber, die während des Betriebes wahlweise in den Strahlengang gebracht werden können. Die Streuelektronenblenden erfüllen drei Aufgaben: 1. halten sie die Streuelektronen zurück, die am Blendenrand der Kondensoraperturblende entstehen, 2. schwächen sie das von der Glühkathode kommende Licht und 3. erleichtern sie die Justierung des Bestrahlungssystems.

4. Registriereinrichtung

Beobachtungstubus mit Leuchtschirm und Reihenaufnahmekassette für 12 Platten 6x9 wurden vom Siemens Elmiskop übernommen. Die Beugungslänge der Apparatur (das ist der Abstand Kristall - Photoplatte) beträgt 405 ± 0,25 mm. Zwischen Präparat und Photoplatte befinden sich keine Linsen.

Eine Kontrolle der Fokussierung auf dem Leuchtschirm ist sehr schwierig, da das Auflösungsvermögen eines üblichen Schirmes nur etwa 100 μ beträgt[25]. Daher wurde zur genauen Fo-

tussierung in Höhe der Photoplatten ein Zinksulfid-Einkri-
stall[+)] angebracht, der vor der Aufnahme aus dem Strahlen-
gang geschoben wird. Dieser Einkristall wird mit einer 10,5fach
vergrößernden Lupe betrachtet.

5. Ablenkkondensator

Zwischen Präparat und Photoplatte befindet sich ein Tubus-
ansatz zur Aufnahme eines Ablenkkondensators, der es ermöglicht,
den Nullstrahl oder einen Interferenzstrahl zu einem Strich von
etwa 1 mm Länge auszuziehen. Eine Reflexaufspaltung läßt sich
dann photometrisch mit größerer Genauigkeit ausmessen, da über
die statistischen Schwankungen des Plattenkorns gemittelt wird.
Das Ablenkfeld steht senkrecht auf der Ebene, die von den Aus-
breitungsvektoren der Partialwellen einer Interferenz aufge-
spannt wird. Zur Auslenkung dient eine Sägezahnspannung von
50 Hz. Diese Frequenz wurde gewählt, damit eventuell vorhande-
ne Wechselstromstörfelder leichter erkannt werden können.

6. Spannungsversorgung

Als Hochspannungsquelle dient eine kommerzielle Anlage
von Zeiss (HA 60), mit der kontinuierlich Spannungen zwischen
0 und 65 kV eingestellt werden können. Spannungen für die
Kathodenheizung und für die Wehneltelektrode werden mit einem
Hilfsspannungsgerät (ebenfalls von Zeiss) erzeugt. Die Hoch-
spannung wird über einen Hochohmwiderstand von 10^9 Ohm und
200 W Belastbarkeit mit einem Präzisionsstrommeßinstrument kon-
trolliert. Alle Primärspannungen werden einer röhrengeregelten
Spannungskonstanthalte-Einrichtung von AEG entnommen. Netz-
spannungsschwankungen von ± 10% werden mit einer Genauigkeit

+) Dieser Kristall wurde uns freundlicherweise von Frau Dr.
R.Broser zur Verfügung gestellt.

von etwa $\pm$ 0,05% ausgeregelt. Da die Hochspannungsquelle ebenfalls primärseitig elektronisch stabilisiert ist, besitzt sie eine genügende Konstanz von $7 \cdot 10^{-5}$ pro Minute. Für die Stromversorgung der Kondensorlinsen wird ein einfaches unstabilisiertes Netzgerät verwendet, dessen Primärspannung jedoch dem röhrengeregelten AEG-Spannungsgenerator entnommen wird. Ein größerer Aufwand erwies sich zunächst nicht als erforderlich, zumal die Stromregelung der Linsen über einfache Potentiometer erfolgt. Die Linsenströme werden durch einfache Strommeßinstrumente kontrolliert.

Alle Netzgeräte für die Spannungsversorgung sind in größerem Abstand von der Apparatur in einem abgeschirmten Gehäuse untergebracht, um den Einfluß magnetischer Störfelder weitgehendst zu verringern.

7. Vakuumanlage

Das Vakuum wird mit einer Öldiffusionspumpe DO 101 von Leybold mit wassergekühltem Baffle, jedoch ohne Kühlfalle erzeugt. Da für diese Pumpe ein Vorvakuum von $2 \cdot 10^{-1}$ Torr erforderlich ist, wurde ihr eine Quecksilber-Diffusionspumpe Hg 12 zur Erzeugung des notwendigen Vorvakuums vorgeschaltet. Die Hg 12 kann gegen ein Vorvakuum bis zu 12 Torr pumpen, ohne daß ihre Saugleistung wesentlich vermindert wird. Sie pumpt daher gegen einen Vorvakuumkolben, der mit einer Drehschieberpumpe vorevakuiert wird. Bei dieser Anordnung ist es nicht nötig, daß die Vorpumpe dauernd arbeitet. Ihre Vibrationen können das Beugungsbild bei hochauflösenden Aufnahmen stören. Das Betriebsvakuum, das mit dieser Pumpenanordnung erreicht wird, liegt etwa bei $3 \cdot 10^{-5}$ Torr.

IV. Präparation

Alle Untersuchungen dieser Arbeit wurden mit Magnesiumoxyd durchgeführt. MgO kristallisiert nach dem NaCl-Gittertyp. Seine Gitterkonstante ist a = 4,202 Å. Die Kristallkeile wurden durch Abspalten von einem größeren Kristall[+)] erhalten. Sie wurden von zwei frischen (100)-Spaltflächen (Würfelflächen) gebildet, deren gemeinsame Kante möglichst ungestört sein mußte. Die Güte der Keilkante wurde lichtmikroskopisch kontrolliert. Bei der Präparation mußte darauf geachtet werden, daß durch den Spaltvorgang diese Kante nicht zerstört oder beschädigt wurde. Ein solcher Kristallkeil gehört zu einem kleinen Würfelchen von etwa 1-2 mm Kantenlänge. Der Kristall wurde auf dem Präparattischchen in Aquadag eingebettet (eine Aufschlemmung von Graphit in Wasser). Da er in definierter Stellung fixiert werden mußte, besaß das Präparattischchen eine rechtwinklige Nut, in die der Kristall hineingelegt wurde, so daß die Verlängerung der Keilflächen die Tischebene unter einem Winkel von 45° schnitten. Hatte die Keilkante die Richtung [001], so stand die [110]-Achse senkrecht auf der Tischebene. Das Präparat wurde mit einem Spezialschlüssel in den Objekthalter eingesetzt und so justiert, daß die [110]-Achse parallel zur Achse (2) des Objekthalters stand.

+) Dieser Kristall wurde uns freundlicherweise von Herrn Prof.Borrmann zur Verfügung gestellt.

V. Durchführung der Experimente

Für die Untersuchungen konnten nur gut ausgebildete Kristallkeile verwendet werden. Die Güte dieser Keile wurde durch eine schattenmikroskopische Abbildung kontrolliert. Sehr feine Unregelmäßigkeiten in der Kante waren leicht festzustellen, wenn man im KIKUCHI-Diagramm einen einzelnen Reflex bei Verschiebung des Kristalls in Richtung der Kante auf dem Leuchtschirm lichtmikroskopisch betrachtete. Bei einem ungestörten Keil darf hierbei keine Intensitätsveränderung im Reflex zu beobachten sein. Bei Verwendung einer 100 μ Kondensoraperturblende und bei Fokussierung auf den Leuchtschirm war der Strahldurchmesser in Objektnähe 70 μ. Die ungestörten Keilbereiche mußten daher eine Ausdehnung von etwa 20 μ besitzen, da der Elektronenstrahl diese Länge des Keils erfaßte, wenn der Kristall nur 1 μ in den Strahl hineintauchte. Bereiche dieser Ausdehnung waren im allgemeinen leicht zu finden. Mitunter waren sie noch wesentlich größer bis über 100 μ .

Den schematischen Strahlengang zeigt Abb.11. Zur Aufnahme des KIKUCHI-Diagramms wurde der Elektronenstrahl auf die Kante des Kristallkeils fokussiert. Auf dem Leuchtschirm waren die stark angeregten Reflexe zu erkennen. Der Kristall ließ sich leicht so einstellen, daß nur eine gewünschte Interferenz stark angeregt war. Es war dann der Fall der Einfachanregung annähernd realisiert. Um ein kontrastreiches KIKUCHI-Diagramm zu erhalten, wurde die Photoplatte etwa 1/2 bis 1 Minute belichtet. Wegen dieser langen Belichtungszeit traten in den Aufnahmen auch schwache Nebenanregungen hervor, deren Intensität aber wesentlich geringer war, als die der stark angeregten Interferenz.

Zur Fokussierung auf den Leuchtschirm wurde der Kristall aus dem Strahl herausgezogen und der Fokus durch Beobachtung des ZnS-Einkristall-Leuchtschirms kontrolliert. Nachdem der Kristall wieder an den Strahl herangeschoben war, konnte man bei stark angeregter Interferenz den Reflex schwach auf dem

Leuchtschirm erkennen. Zu seiner Aufnahme genügten Belichtungszeiten von 1 - 3 Sekunden. Anschließend an diese Aufnahme

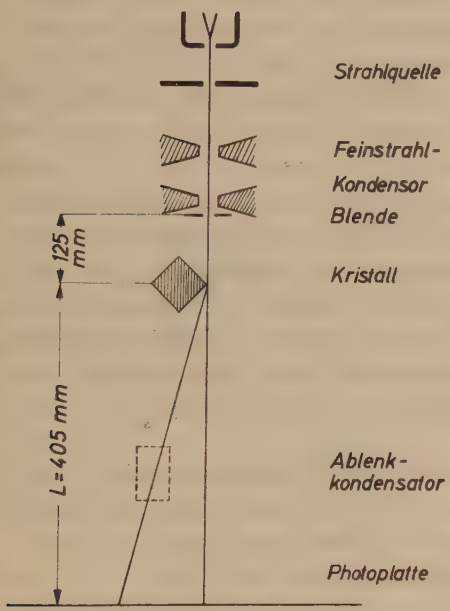


Abb.11. Schematischer Strahlengang bei Durchstrahlung eines Kristallkeils. Gestrichelt ist eine Platte des Ablenkkondensators angedeutet.

wurde der Interferenzstrahl mit Hilfe des Ablenkkondensators zu einem Strichpaar von etwa 1 mm Länge ausgezogen. Für diese Aufnahmen und Untersuchungen mußte der Entlader eingeschaltet werden, da die Aufladungen des Kristalls stark störten. Als Photomaterial dienten Perutz Silber Eosin Platten 6,5 x 9 cm, die in Neofin-rot bei 20°C in 8 min. entwickelt wurden.

VI. Auswertung

Die Linienabstände und die Lage des Null-Reflexes im KIKUCHI-Diagramm wurden mit einem Koinzidenzmaßstab ausgemessen. Es erwies sich als zweckmäßig, die Wellenlänge nur aus dem Abstand eines gut erkennbaren und scharfen KIKUCHI-Linienpaares zu ermitteln. Die Wellenlänge konnte nach dieser Methode besser als auf 10^{-3} bestimmt werden. Als Bezugslinien zur Bestimmung der Richtungskosinus dienten die Spur der (110)-Ebene und eine auf dieser senkrechte Gerade, die durch die nächste Zone geht. Es wurden die Abstände des Null-Reflexes von entsprechenden Kikuchi-Linien gemessen und dann mit Hilfe der Wellenlänge die Abstände auf diese Bezugslinien umgerechnet. Bei der Auswertung war zu beachten, daß das KIKUCHI-Diagramm infolge der Brechung etwas verschoben wird. Daher mußte die Lage des Null-Reflexes ausgemessen werden und nicht die des Primärstrahls.

Zur Bestimmung des Anregungsfehlers konnte entweder der Abstand des Reflexes g von der zugehörigen Linie g ausgemessen werden oder, wenn die Linie zu breit war, auch der Abstand von einer höher indizierten schärferen Linie $n \cdot g$. Der Abstand der Feinstrukturreflexe wurde aus einer anderen Aufnahme, bei der auf die Photoplatte fokussiert war, mit einem Meßmikroskop bestimmt. Wurde der Reflex mit dem Ablenkkondensator zu einem Strichpaar ausgezogen, so konnte der Reflexabstand sehr genau mit einem Mikrophotometer ausgemessen werden (s.Abb.12e).

Bei der Auswertung mußte man beachten, daß sich die Einstrahlrichtung beim Übergang vom KIKUCHI-Diagramm zum LAUE-Diagramm etwas verändert. Die Bestrahlungsapertur ist bei Fokussierung auf die Kante bei Verwendung einer 100 μ -Kondensoraperturblende

$$\alpha_B^K = 4 \cdot 10^{-4} \ .$$

Diesen Winkel bildet ein Randstrahl mit der Strahlachse. Wird dagegen auf die Photoplatte fokussiert, so ist die Bestrahlungsapertur

$$\alpha_B^P = 1{,}5 \cdot 10^{-5} ,$$

jedoch bildet dann ein Randstrahl mit der Strahlachse den Winkel

$$\alpha = 1 \cdot 10^{-4} .$$

Da der Kristall nur ganz wenig in den Strahl eintaucht, bestimmen diese Randstrahlen die Einfallsrichtung. Aus der Kikuchi-Aufnahme wird stets die Lage des Reflexschwerpunktes, also die Lage der Strahlachse bestimmt. Der Anregungsfehler mußte daher um diesen Winkel α, der von der Größe der Kondensoraperturblende abhängt, korrigiert werden.

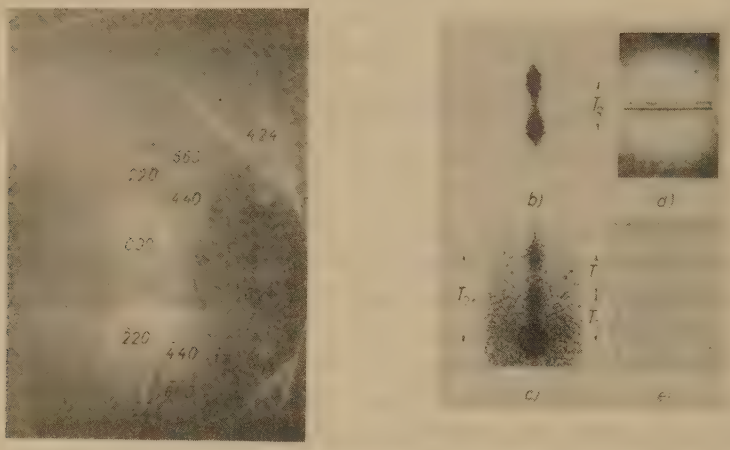
Sind im KIKUCHI-Diagramm Nebenanregungen zu sehen, so muß ihr Einfluß durch die BETHEschen Zusatzpotentiale (9) berücksichtigt werden. In Gl.(7) steht im Nenner im wesentlichen der doppelte Anregungsfehler

$$\gamma_\ell^2 - 1 - \gamma_0 \approx 2 s_\ell .$$

Man kann ihn leicht aus den Richtungskosinus β_{oi} nach (22) berechnen. Berücksichtigt werden nur die Interferenzen, die im KIKUCHI-Diagramm zu erkennen sind.

In Abb.12 sind die Aufnahmen zusammengestellt, die zur Bestimmung des Strukturpotentials und des Brechungspotentials für den Reflex ($\bar{2}\bar{2}0$) nötig waren. In a) das KIKUCHI-Diagramm, in dem man die schwachen Nebenanregungen erkennt; b) zeigt den Reflex ($\bar{2}\bar{2}0$) bei Fokussierung auf die Photoplatte; c) die Umgebung des Null-Strahls. Der starke Reflex rührt von dem am Kristall vorbeigehenden Primärstrahl her. Darüber die beiden Null-Reflexe. Schließlich ist in e) die Photometerkurve des zu einem Strichpaar (d)) ausgezogenen Reflexes ($\bar{2}\bar{2}0$) wiedergegeben. Aus dem Feinstrukturabstand T_g im Reflex ($\bar{2}\bar{2}0$) oder aus dem Abstand der Null-Reflexe T_c wurde das Struktur-

potential ϕ_{220} nach der Beziehung (21a bzw. b) und (19d) bestimmt. Das Brechungspotential ϕ_{000} wurde aus den Abständen



a) b - e)

Abb.12a-e. Aufnahmen zur Bestimmung des Strukturpotentials und des Brechungspotentials für den Reflex ($\bar{2}\bar{2}0$). a) Kikuchi-Diagramm; b) Reflex ($\bar{2}\bar{2}0$) bei Fokussierung auf die Platte; c) Umgebung des Null-Strahls; d) mit dem Ablenkkondensator zu einem Strichpaar ausgezogener Reflex ($\bar{2}\bar{2}0$); e) Intensitätsverteilung im Reflex ($\bar{2}\bar{2}0$).

T_{0+} und T_{0-} der Null-Reflexe vom Primärfleck nach (19d) und (21c) berechnet.

VII. Diskussion der Meßergebnisse

Die nach dieser Methode bestimmten Strukturpotentiale und das Brechungspotential sind in Tabelle I zusammengestellt. In der zweiten Spalte sind die Strukturpotentiale wiedergegeben, die ohne Berücksichtigung der Zusatzpotentiale bestimmt wurden. Sie zeigen bereits eine recht gute Übereinstimmung mit den theoretischen Werten mit Ausnahme der Strukturpotentiale ϕ_{111}, ϕ_{400} und ϕ_{420}. Hier ist eine erhebliche Abweichung von den theoretischen Werten[+)] festzustellen. Beim Reflex (00$\bar{4}$) wird diese Abweichung durch die gleichzeitige Anregung des Reflexes (00$\bar{2}$) (s.Abb.13) verursacht. Dieser Reflex wird stets gleich-

Abb.13. Kikuchi-Diagramm bei Anregung des Reflexes (00$\bar{4}$).

zeitig mit angeregt. Sein Anregungsfehler hängt nur vom Radius der Ausbreitungskugel ab und ist, im übrigen unabhängig von der Einstrahlrichtung, wenn $s_{00\bar{4}} = 0$. Berücksichtigt man die Zusatzpotentiale der Nebenanregungen (00$\bar{6}$), (00$\bar{2}$) und (002), so erhält man eine gute Übereinstimmung (Spalte 3) mit dem theoretischen Wert. Das Strukturpotential des Reflexes (200) ist sehr stark, hinzu kommt die starke Kopplung (00$\bar{2}$) - (00$\bar{4}$) = (002) und der relativ kleine Anregungsfehler

---

+) Sie wurden unter Verwendung der HARTREEschen Atomeigenfunktionen für 293°K berechnet [2)] (s.Spalte 4).

hkl	ϕ_{hkl} unkorr. V	ϕ_{hkl} korr. V	ϕ_{hkl} theoret. V	ϕ_{occ} unkorr. V	ϕ_{occ} korr. V	Molière[2] Niehrs	Honjo[1] Mihama	Cowley[3] Goodman Rees	Molière[4] Wagenfeld
111	2,3	1,8	1,20	(11,2)	(11,0)	1,25	1,7	1,2	1,92
200	7,8	7,7	7,77	14,3	13,9	7,55	7,0	8,0	7,57
220	5,3	5,1	5,14	14,9	14,9	5,09	5,5	5,3	5,0
222	3,6	3,7	3,92	13,5	13,5	3,5	4,2	3,5	3,87
400	1,6	3,2	3,15	14,2	15,4	2,6		2,7	
420	2,6	(1,4)	2,61	14,8	14,4	2,4		2,2	
420	2,1	2,8	2,61	13,9	14,3	2,4		2,2	
440	1,8	1,9	1,70	15,5	15,8	2,1		1,2	

Tabelle I

Strukturpotentiale ϕ_{hkl} und Brechungspotential ϕ_{occ}.

Bei den korrigierten Werten (Spalte 3 u.6) wurde der Einfluß schwacher Nebenanregungen durch die Betheschen Zusatzpotentiale berücksichtigt. Die theoretischen Werte (Spalte 4) wurden aus Hartreeschen Atomeigenfunktionen für 293°K berechnet[2].

$\varphi_{00\bar{2}} = 3{,}2 \cdot 10^{-4}$. Daher müssen also bei der Bestimmung des Strukturpotentials ϕ_{400} unbedingt die Zusatzpotentiale berücksichtigt werden. Auch beim Reflex $(11\bar{1})$ ist diese Abweichung zu verstehen, da bei der Aufnahme verschiedene Reflexe mit großem Strukturpotential schwach angeregt waren. Das Strukturpotential ϕ_{111} ist klein, und daher machen sich die Einflüsse der anderen Reflexe stark bemerkbar. Ihre Berücksichtigung bringt eine wesentliche Verbesserung des Strukturpotentials ϕ_{111}. (Der theoretische Wert $\phi_{111} = 1{,}20$ V scheint jedoch zu niedrig zu liegen[4].) Zur Bestimmung der übrigen Strukturpotentiale liefern die Zusatzpotentiale keine nennenswerten Beiträge. Die Einflüsse der schwachen Nebenanregungen heben sich zum Teil auf, z.B. traten bei Anregung des Reflexes $(00\bar{2})$ sehr viele schwache Nebenanregungen auf (s.Abb.14), die aber, wie man aus der Tabelle ersieht, kaum einen Einfluß auf ϕ_{200} ausübten.

Abb.14. Kikuchi-Diagramm bei Anregung des Reflexes $(00\bar{2})$. Es ist eine Vielzahl von anderen Reflexen schwach angeregt, die aber keinen nennenswerten Einfluß auf die Bestimmung des Strukturpotentials ϕ_{200} ausüben.

Die Nebenanregungen können nicht in allen Fällen durch Zusatzpotentiale berücksichtigt werden. Sind nämlich andere Reflexe mit größerem Strukturpotential sehr stark angeregt, so daß ihr Anregungsfehler in der gleichen Größenordnung wie der des untersuchten Reflexes liegt, so verliert die BETHEsche Näherung ihre Gültigkeit, da sie auf der Annahme beruht, daß alle anderen Interferenzen außer der betrachteten schwach sind. Bei der Aufnahme zur Bestimmung des Strukturpotentials ϕ_{420} war außer dem Reflex $(0\bar{2}4)$ auch der Reflex $(\bar{2}\bar{4}4)$ mit kleinem Anregungsfehler angeregt ($\varphi_{\bar{2}\bar{4}4} \approx 10^{-4}$, während $\varphi_{0\bar{2}4} \approx 5 \cdot 10^{-5}$). Berücksichtigt man

in diesem Fall die Nebenanregungen durch die Zusatzpotentiale, so ergibt sich eine erhebliche Verfälschung des Strukturpotentials (eingeklammerter Wert in Spalte 3). Für diesen Fall muß das dynamische Grundgleichungssystem (5) auf drei Gleichungen entsprechend einer Zweifachanregung reduziert werden. Die Dispersionsgleichung (10) wird dann eine Gleichung 3.Grades in den τ_e [4]. Es ist aber nicht nötig, diese Mehrfachanregung auszuwerten, da die experimentellen Bedingungen so abgeändert werden können, daß der Fall der Einfachanregung nahezu realisiert wird. Daher wurde aus einer anderen Aufnahmereihe, bei der dies der Fall war, der Reflex (204) ausgewertet, doch waren auch hier einige andere Reflexe schwach angeregt. Innerhalb der Meßgenauigkeit besteht eine recht gute Übereinstimmung mit dem theoretischen Wert, wenn die Nebenanregungen durch Zusatzpotentiale berücksichtigt werden.

Die Genauigkeit, mit der die ϕ_{hKL} angegeben werden können, nimmt ab, je kleiner die Strukturpotentiale werden. Für die Fälle, in denen $\varphi_{hKL} \approx 0$ ist, kann das Strukturpotential mit der größten Genauigkeit angegeben werden. Bei kleinen ϕ_{hKL} sind die Richtungsunterschiede der Ausbreitungsvektoren einer Interferenz so gering, daß sie wegen der endlichen Bestrahlungsapertur, des begrenzten Auflösungsvermögens der Photoplatte und einer Strahlverbreiterung infolge der Absorption[22] nicht mehr aufgelöst werden können. Will man in diesen Fällen überhaupt eine Aufspaltung beobachten, so muß der Anregungsfehler von Null verschieden sein, wodurch aber die Genauigkeit geringer wird. Die größte Genauigkeit wurde bei den Reflexen (00$\bar{2}$) und ($\bar{2}\bar{2}$0) erzielt. Der Meßfehler beträgt etwa 2%.

Ein Vergleich der Strukturpotentiale mit den Werten anderer Autoren[1)2)3)4)] aus Untersuchungen an submikroskopischen Kristallen zeigt die Brauchbarkeit dieser Methode. Sie liefert z.T. mit der Theorie besser übereinstimmende Ergebnisse, da aus den KIKUCHI-Diagrammen die Nebenanregungen erkannt und dann berücksichtigt werden können.

Zur Bestimmung der Strukturpotentiale wurde im allgemeinen die Nullstrahl-Aufspaltung nicht herangezogen, da infolge der Nebenanregungen Störungen auftreten können. Jedoch wurde aus

den Nullstrahl-Aufspaltungen das Brechungspotential (Spalte 5 und 6) ermittelt. Der zuverlässigste Wert wurde aus dem Nullstrahl des Reflexes ($\bar{2}\bar{2}0$) mit einer Genauigkeit von etwa 3% erhalten. Auch die Werte zu den Reflexen ($0\bar{2}4$), ($\bar{2}04$) und ($\bar{4}\bar{4}0$) sind mit guter Genauigkeit bestimmt worden, während die anderen Werte in einem größeren Ungenauigkeits-Intervall bis zu 10% liegen. Als Mittelwert erhält man für ϕ_{ccc} (ohne Berücksichtigung des wegen starker Nebenanregungen sehr unsicheren Wertes 11,0 V bei (111))

$$\phi_{ccc} = 14{,}4 \text{ V.}$$

Der theoretische Wert liegt nach FENGLER[19] etwa bei 12 Volt mit einem Fehler von ca.10%. Die Abweichungen hiervon und die Schwankungen der ϕ_{ccc}-Werte können auf unterschiedliche Beschaffenheit der Keiloberflächen zurückzuführen sein. Sowohl das Vakuum als auch der Entladerstrom haben einen Einfluß auf die Meßgröße ϕ_{ccc}. Es wurde mehrmals qualitativ die Abhängigkeit des Brechungspotentials von der Entladerstromstärke beim Reflex ($\bar{2}\bar{2}0$) untersucht. Mitunter war ϕ_{ccc} in einem großen Variationsbereich des Entladerstroms von 0,05 - 1,0 mA konstant, wuchs aber bei ausgeschaltetem Entlader um etwa 25% von 13 V auf 16,5 V. Bei einer anderen Versuchsreihe war die Änderung geringer, etwa von 15 V auf 16 V, jedoch schwankte ϕ_{ccc} mit der Entladerstromstärke. In Übereinstimmung mit KEHOE[20] war aber stets eine deutliche Vergrößerung von ϕ_{ccc} zu beobachten, wenn der Entlader ausgeschaltet war. Dies erklärt auch die Abweichung des nach der oben beschriebenen Methode gemessenen Wertes ϕ_{ccc} von dem aus Untersuchungen an submikroskopischen Kristallen ohne Verwendung eines Entladers ermittelten $\phi_{ccc} = 15{,}3$ V[2]. Der Mechanismus der Entladung ist jedoch so komplex, daß man keine quantitativen Aussagen machen kann.

Nach der dynamischen Theorie ist bei Mehrstrahl-Fällen eine höhere Reflex-Aufspaltung zu erwarten. Wie jedoch in früheren Untersuchungen bereits gezeigt wurde[4], sind im allgemeinen nur zwei Wellenfelder stark. Mitunter trat eine höhere Aufspaltung auf, vor allem dann, wenn in Richtung einer Zone hoher Symmetrie ([$\bar{1}$10] oder [$\bar{1}$11]) eingestrahlt wurde und der Anre-

gungsfehler der Reflexe relativ groß war. Wurde dagegen der Kristall so eingestellt, daß für einen Reflex die BRAGG-Bedingung nahezu exakt erfüllt war, so zeigte dieser Reflex nur eine einfache Aufspaltung. Es liegt daher die Vermutung nahe, daß die Winkelunterschiede der Ausbreitungsvektoren bei kleinem Anregungsfehler so gering sind, daß keine höheren Aufspaltungen beobachtet werden können. In Abb.15 sind einige Beispiele höherer Aufspaltungen zusammengestellt. Bei einer Zweifachan-

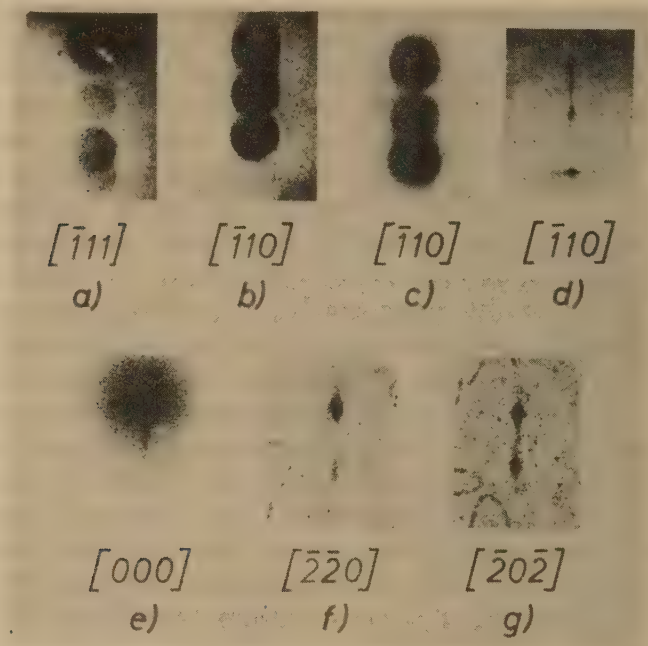


Abb.15. Höhere Aufspaltungen des Reflexes ($\bar{2}\bar{2}0$). a-c) Elektronenstrahl auf dem Kristall fokussiert; d) Fokus auf der Photoplatte; e-g) Zweifachanregung bei Einstrahlung in Richtung $\approx$ [$\bar{1}11$]. (Etwa 72fache Vergrößerung.)

regung $(\bar{2}\bar{2}0)$ - $(0\bar{2}\bar{2})$ kann man allerdings den Eindruck haben, daß auch bei kleinem Anregungsfehler eine höhere Aufspaltung vorliegt. Das Auflösungsvermögen der Platte reicht jedoch nicht aus, um hierüber eine sichere Aussage machen zu können.

In mehreren KIKUCHI-Diagrammen wurde beobachtet, daß die einzelnen Reflexe nicht auf Geraden, sondern auf schwach gekrümmten Linien liegen. Es handelt sich dabei um Reflexe, deren Anregungsfehler von Null verschieden sind. Diese Erscheinung war stets dann zu beobachten, wenn die Einstrahlrichtung sehr stark von der $[\bar{1}10]$-Richtung abwich. Der Kristall war hierbei um einen großen Winkel φ' von 30-50° um die $[110]$-Achse gedreht (vgl.Abb.3b u.6a). Mit zunehmendem Drehwinkel φ' wächst die Krümmung der Linien, auf denen die Reflexe liegen. Die Verbindungslinie der Feinstrukturreflexe einer Interferenz hat die Richtung der Tangente der gekrümmten Linie im Reflex (s.Abb.16). Es lag daher die Vermutung nahe, daß dieser Umstand durch die Krümmung der Ausbreitungskugel verursacht wird. Die Krümmung der Ausbreitungskugel kann aber nur dann die Lagen der Reflexe beeinflussen, wenn die reziproken Gitterpunkte von ausgedehnten, nicht kugelsymmetrischen Intensitätsbereichen umgeben sind.

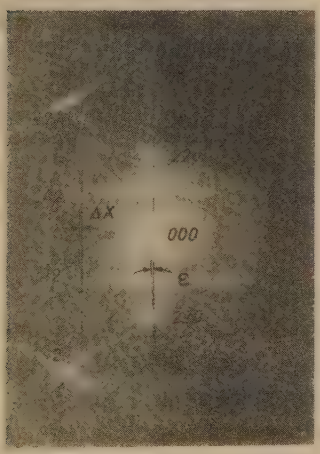


Abb.16. Kikuchi-Diagramm mit Reflexen, die auf gekrümmten Linien liegen. Der einfallende Elektronenstrahl $\vec{\gamma}_0$ bildet mit der $[\bar{1}10]$-Achse des Kristalls den Winkel $\varphi' \approx 40°$.

Bei einem Kristallkeil sind nach v.LAUE[10] die Intensitätsbereiche lange Stacheln, die senkrecht auf den Keilflächen stehen. Die Stacheln spannen eine zur Keilkante orthogonale Ebene auf. Nimmt man an, daß sich solche parallelen Ebenen durch das ganze reziproke Gitter erstrecken, so können alle möglichen Interferenzrichtun-

gen nur auf dem Mantel eines Kegels liegen, der durch den Schnittkreis der Ausbreitungskugel mit einer dieser Ebenen erzeugt wird (s.Abb.17). Die Kegelspitze liegt im Mittelpunkt der Ausbreitungskugel.

Zur quantitativen Prüfung dieser Vorstellung soll analytisch die Schnittlinie eines Kegels mit der Registrierebene hergeleitet werden. Die Abb.17 zeigt die Ausbreitungskugel im reziproken Raum. Der Nullpunkt des reziproken Gitters wird durch die Richtung $\tilde{\gamma}_0$ des einfallenden Strahls bestimmt und

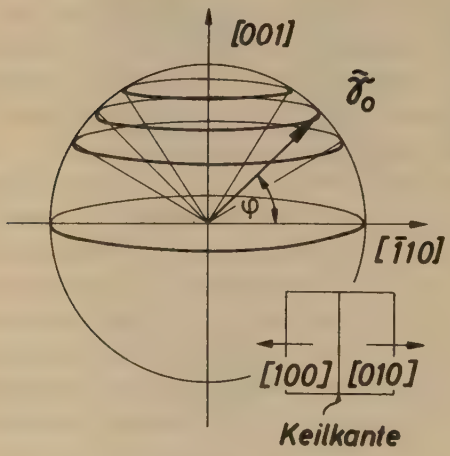


Abb.17. Schnitt der Ebenen, in denen die Intensitätsbereiche der reziproken Gitterpunkte liegen, mit der Ausbreitungskugel. Der Nullpunkt des reziproken Gitters liegt im Endpunkt des Vektors $\tilde{\gamma}_0$ auf der Ausbreitungskugel. Man blickt von oben auf den Keil, dessen Flächennormalen unter einem Winkel von 45 aus der Zeichenebene herausragen.

liegt auf der Ausbreitungskugel. Die Ebenen, die von den Intensitätsbereichen aufgespannt werden, besitzen im reziproken Raum eine feste Orientierung. Sie schneiden die Ausbreitungskugel in Kreisen und liefern dadurch ein System von konzentrischen Kegeln mit der gemeinsamen [001]-Achse. Diese Achse steht senkrecht auf den Ebenen und bildet mit dem einfallenden Strahl $\tilde{\gamma}_0$, der auf dem Mantel eines Kegels liegt, den Winkel α. Der oben erwähnte Winkel φ', um den der Kristall gedreht wurde, ist dann $\varphi' = 90^\circ - \alpha$. In der Abb.17 blickt man von oben auf den Kristallkeil. Die [110]-Achse ragt senkrecht aus der

Zeichenebene heraus. Damit steht die Ebene, in der die Intensitätsbereiche (Stacheln) liegen, ebenfalls senkrecht auf der Zeichenebene. Eine Drehung des Kristalls um die [110]-Achse ist gleichbedeutend mit einer Änderung des Winkels φ'. Die Stacheln eines reziproken Gitterpunktes bilden mit der Zeichenebene einen Winkel von 45°. Sie durchstoßen die Ausbreitungskugel auf dem Schnittkreis an zwei Stellen. Die Durchstoßungspunkte werden vom Mittelpunkt der Kugel auf die Registrierebene projiziert. Die Registrierebene, die senkrecht auf dem Wellenvektor $\vec{\gamma}_0$ steht, schneidet die Kegel je nach der Einstrahlrichtung in Ellipsen, Parabeln oder Hyperbeln. Nur auf diesen Kegelschnitten können die Beugungsreflexe liegen. Die Gleichung des Kegels, auf dessen Mantel $\vec{\gamma}_0$ liegt, lautet

$$(29) \qquad \vec{u} \cdot \vec{w}_3 = |\vec{u}| \cdot \cos\alpha$$

$\vec{w}_3$ ist ein Einheitsvektor in Richtung der [001]-Achse. Durch Einführung eines neuen Koordinatensystems, so daß die Z-Achse die Richtung von $\vec{\gamma}_0$ bekommt und außerdem die Richtung der Y-Achse mit [110] zusammenfällt, wird die allgemeine Kegelgleichung

$$(30) \qquad Y^2 = X^2(\operatorname{tg}^2\alpha - 1) + 2X \cdot Z \cdot \operatorname{tg}\alpha .$$

Setzt man hier für Z die Beugungslänge L ein, so erhält man die Gleichung des Kegelschnittes in der Registrierebene. Für $\varphi' = 90° - \alpha < 45°$ entstehen Hyperbeln, für $\varphi' = 45°$ eine Parabel und für $\varphi' > 45°$ Ellipsen. Betrachtet man den Fall $\varphi' = 45°$, vereinfacht sich (30) zu

$$(31) \qquad Y^2 = +2X \cdot L .$$

Die Gleichung (31) kann leicht überprüft werden. Wie man aus Abb.18 und Tab.II sieht, treten beachtliche Abweichungen von der Geradlinigkeit der Verbindungslinien reziproker Gitterpunkte auf. Bei der Aufnahme in Abb.16 war $\varphi' = 40°$.

Zwischen den theoretischen Reflexlagen und den experimentell gefundenen besteht gute Übereinstimmung (s.Tab.II). Während bei den Reflexen $(\bar{2}\bar{2}0)$ - (220) der Abstand ihrer Verbindungslinie vom Null-Reflex ausgemessen werden konnte, wurde bei den Reflexen $(\bar{2}\bar{4}2)$, $(0\bar{2}2)$, (202) und (422) nur der Abstand der entsprechenden Verbindungsgeraden bestimmt. Die Verbindungslinie der Feinstrukturen im Reflex (220) bildet mit der Verbindungslinie der Reflexe $(\bar{2}\bar{2}0)$ - (220) einen Winkel von $\varepsilon_{exp} \approx 1^{\circ}52'$. Die Tangente der Parabel für X = 15 mm (das entspricht der Lage von (220)) hat den Anstieg

$$Y' = + \frac{L}{Y} = \operatorname{ctg} \varepsilon_{theor} = + 27.$$

Damit erhält man $\varepsilon_{theor} \approx 2^{\circ}7'$. Auch hier besteht eine gute Übereinstimmung zwischen Theorie und Experiment. Die Abweichungen liegen innerhalb der Meßgenauigkeit. Somit wird die Vorstellung der stachelförmigen Intensitätsbereiche, die auf den Keilbegrenzungsflächen senkrecht stehen, durch das Experiment bestätigt.

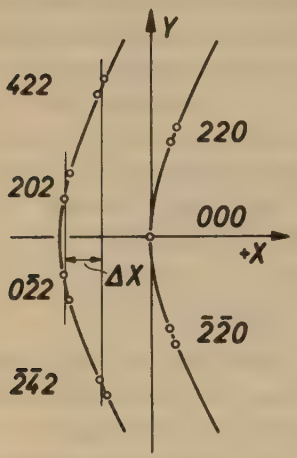


Abb.18. Lage der Reflexe auf der Photoplatte, wenn der einfallende Strahl mit der $[\bar{1}10]$-Achse einen großen Winkel φ' bildet. Für $\varphi' = 45^{\circ}$ sind in Tab.II die Koordinaten wiedergegeben.

Zu etwa den gleichen Ergebnissen gelangt man, wenn man die Projektion des Vektors $\Delta\vec{\tau}_g$ (21b) in die Registrierebene betrachtet. In Abb.19 ist ein Teil des Schnittkreises der Ausbreitungskugel mit der Ebene, in der die Intensitätsbereiche liegen, herausgezeichnet. Die [001]-Achse steht senkrecht auf der Zeichenebene. Wegen der Beziehung (21a,b) für $\Delta\vec{\tau}_{0,g}$ müssen die Intensitätsbereiche nach KATO[21] die Form einer Hyperbel besitzen, deren Asymptoten sich bei einem rechtwinkligen Keil unter 90°

schneiden. Bei großem Anregungsfehler ergibt sich nämlich die Aufspaltungsfigur aus dem Schnitt der Asymptoten mit der Aus-

Y mm	X mm	X_{exp} mm
7,5	0,07	-
10	0,13	-
15	0,28	0,24
22,5	0,62	-
30	1,1	1,0
	ΔX_{theor} = 0,55	
	ΔX_{exp} = 0,52	

Tabelle II

Koordinaten der auf Parabeln liegenden Reflexe für $\varphi' = 45^0$. Die Bedeutung von ΔX sieht man aus Abb.18. X_{exp} und ΔX_{exp} wurden aus der Aufnahme in Abb.16 gemessen.

breitungskugel. Das erkennt man deutlich aus Gl.(21b) für $\Delta \gamma_j$, wenn man $\varphi' = \varphi + \Delta\varphi = 0^0$ und damit nach (26) $\beta_{03} = 0$ setzt,

Abb.19. Teil des Schnittkreises der Ausbreitungskugel mit der Ebene, die von den Intensitätsbereichen der Punkte im reziproken Gitter aufgespannt wird.

denn für diesen Fall wird beim Reflex (220) $\beta_e = \beta_a \approx \beta_{oe} = \beta_o = \pi/\sqrt{2}$ und damit

$$|\Delta\gamma_g| \approx 2\varrho_g ,$$

da $\gamma_g \ll \varrho_g$, wobei ϱ_g der Abstand des reziproken Gitterpunktes von der Ausbreitungskugel war (s.Abb.20). Die asymptotischen Äste dieser dynamischen Intensitätsbereiche stimmen mit den LAUEschen Stacheln überein.

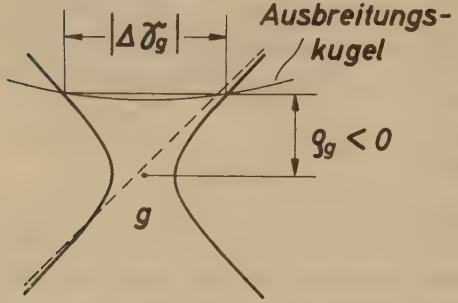


Abb.20. Schnitt der Ausbreitungskugel mit den Intensitätsbereichen des Punktes g im reziproken Gitter.
A Ausbreitungskugel;
----- Normalrichtung der gestörten Keilfläche.

Die Intensitätsverteilung in den Intensitätsbereichen kann durch Kristallbaufehler und durch Absorption der Elektronen im Kristall verändert werden. Die Absorption verursacht eine Verbreiterung der Intensitätsbereiche in Richtung senkrecht zur Keilkante. Aus der Halbwertsbreite der Intensitätsverteilung kann auf die Größe des Absorptionskoeffkzienten geschlossen werden[22]. Eingehendere Untersuchungen sind vorgesehen. Es soll daher an dieser Stelle nicht näher darauf eingegangen werden.

Störungen in der Kristalloberfläche können die Intensitätsbereiche ebenfalls verändern. Bei verschiedenen Aufnahmen der Punktreflexe wurde eine merkwürdige Erscheinung beobachtet, die auf diese Störungen zurückzuführen war. Bei diesen Aufnahmen wurde auf die Photoplatte fokussiert. Dabei zeigte sich eine Reflex-Schwänzung (Abb.21), die aber eigenartigerweise nur bei einem Feinstrukturreflex, nach der dynamischen Theorie also

nur bei einem Wellenfeld, zu beobachten war. Die Richtung der Schwänzung war von der Kristallstellung abhängig. Bei $\varphi' = 0^\circ$

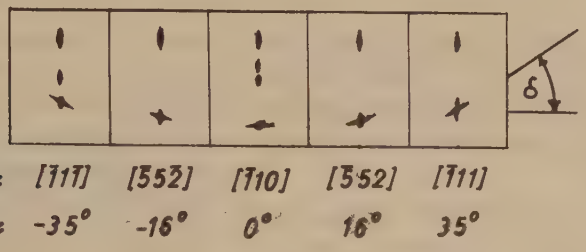


Abb.21. Schwänzung des $\bar{2}\bar{2}0$-Reflexes in Abhängigkeit von der Einstrahlrichtung.

(Einstrahlung in Richtung [1̄10]) verlief sie parallel zur Projektion der Keilkante auf die Photoplatte. Wurde der Kristall um die [110]-Achse gedreht und damit der Winkel φ' verändert, so änderte sich auch die Richtung der Schwänzung. Da bei der Rotation des Kristalls um die [110]-Achse die Richtung der Schwänzung mit der Projektion der Keilkante stets einen Winkel $\delta < 45^\circ$ bildete, lag die Vermutung nahe, daß die Richtung der Schwänzung parallel zum Schnitt einer der Keilflächen mit der Registrierebene verläuft. Die Schnittgerade einer Keilfläche mit der Registrierebene, die senkrecht auf der Einfallsrichtung [hkl] steht, schließt nämlich mit der Projektion der Keilkante den Winkel δ ein

$$\cos\delta = \frac{l^2 + k(k-h)}{\sqrt{l^2+k^2}\cdot\sqrt{2l^2+(k-h)^2}} .$$

Diese Annahme wurde durch eine Aufnahmereihe, bei der die Einfallsrichtung um die Winkel $\varphi' = \pm 16^\circ, \pm 35^\circ$ und $\pm 46^\circ$ verändert wurde, bestätigt (s.Abb.21). Die Winkel konnten aus den Aufnahmen ausgemessen werden, und sie stimmten innerhalb der Fehlergrenzen mit den erwarteten Werten überein. In der Tabelle III sind die berechneten Winkel δ_{theor} den experimentell δ_{exp} gemessenen gegenübergestellt.

Geschwänzte Reflexe sind dann zu erwarten, wenn der Intensitätsbereich einer Keilfläche durch Spaltstufen, die sich auf der Oberfläche befinden, verbreitert wird. Der Intensitätsbereich besitzt nach v.LAUE stachelartige Auswüchse in Richtung der Normalen der Kristallbegrenzungsflächen und damit auch in Richtung der Normalen der zusätzlichen Flächen, die durch die Stufen entstanden sind (s.Abb.22), d.h. parallel zur Kante, wenn die Stufen senkrecht in die Kante einmünden. Es ist durchaus möglich, daß beim Spaltprozeß eine Fläche gut ausgebildet wird, während die andere von Spaltstufen überzogen ist. Das war gelegentlich auch unter dem Lichtmikroskop zu beobachten. Der stachelartige Intensitätsbereich dieser gestörten Fläche wird durch die Spaltstufen zu einem ebenen Blättchen verbreitert, dessen Normale parallel zur Normalen der ungestörten Keilfläche liegt. Der Schnitt des Blättchens mit der Ausbreitungskugel liefert den geschwänzten Reflex. Verändert man die Einstrahlrichtung so, daß der Anregungsfehler

hkl	φ'	δ_{theor}	δ_{exp}
$\bar{7}10$	0°	0°	0°
$\bar{5}52$	16°	15°	15,5°
$\bar{7}11$	35°	30°	29°
$\bar{2}23$	47°	36°	35,5°

Tabelle III

Winkel δ_{theor}, den die Schnittgerade einer Keilfläche mit der Registrierebene, die senkrecht auf der Einstrahlrichtung [hkl] steht, mit der Projektion der Keilkante einschließt. δ_{exp} aus Abb.21 entnommener Winkel der Schwänzung.

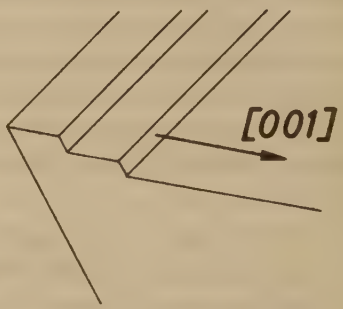


Abb.22. Spaltstufen auf einer Keilfläche.

von positiven zu negativen Werten übergeht, so muß auch die Schwänzung von einem Feinstrukturreflex zum anderen übergehen, wobei der Winkel δ konstant bleibt (vgl.Abb.20). Die Schwänzung muß bei allen Beugungsreflexen zu beobachten sein. Werden die Anregungsbedingungen für einen bestimmten Reflex bei einer Rotation um $\varphi' = 180^{\circ}$ nicht verändert, bleibt also der Anregungsfehler konstant, so muß die Schwänzung bei dem anderen Feinstrukturreflex auftreten, wobei aber der Winkel δ in $180^{\circ} - \delta$ übergeht.

Alle aus dieser Vorstellung folgenden Überlegungen wurden experimentell bestätigt. Die Form der Reflexe erlaubt daher eine Aussage über die Beschaffenheit der Keilflächen.

Zusammenfassung

Aus der Aufspaltung der Beugungsreflexe bei der Durchstrahlung eines makroskopischen Kristallkeils von 1 - 2 mm Kantenlänge wurden die Strukturpotentiale für MgO bestimmt. Die Beobachtung des KIKUCHI-Diagramms ermöglichte es, den Kristall so zum einfallenden Elektronenstrahl auszurichten, daß der Zweistrahl-Fall, für den allein eine einfache Auswertung nach der dynamischen Theorie möglich ist, nahezu realisiert war. Schwache Nebenanregungen waren im KIKUCHI-Diagramm zu erkennen, und daher konnte ihr Einfluß auf die Strukturpotentiale durch die BETHEschen Zusatzpotentiale rechnerisch berücksichtigt werden. Aus der Aufspaltung im Null-Strahl ließ sich das Elektronenbrechungspotential (mittleres inneres Potential) bestimmen. Die stärksten Strukturfaktoren konnten mit einer Genauigkeit von ca. 2% bestimmt werden. Diese Methode liefert mit der Theorie besser übereinstimmende Werte als sie aus der Durchstrahlung submikroskopischer Kristalle erhalten werden können. Voraussetzung für eine allgemeine Anwendbarkeit ist die Herstellung gut ausgebildeter Kristallkeile.

Traf der Elektronenstrahl nicht senkrecht auf die Keilkante sondern unter einem Winkel von etwa 45°, so lagen die Beugungsreflexe auf schwach gekrümmten Linien. Diese Erscheinung wurde durch stachelartig ausgedehnte Intensitätsbereiche der reziproken Gitterpunkte erklärt. Die Richtung der Stacheln ist parallel zu den Keilflächennormalen. Die mitunter beobachtete Schwänzung der Feinstrukturreflexe infolge einer flächenhaften Ausdehnung der Intensitätsbereiche erlaubte eine Aussage über die Beschaffenheit der Keilflächen.

Literaturverzeichnis

1) HONJO,G. u.K.MIHAMA, Multiple structures due to double refraction given by randomly oriented smoke particles of magnesium and cadmium oxide.
J.Phys.Soc.Japan 9 (1954) 184

2) MOLIÈRE,K. u.H.NIEHRS, Interferenzbrechung von Elektronenstrahlen I.
Z.Phys. 137 (1954) 445
ALTENHEIN,H.J. u.K.MOLIÈRE, Interferenzbrechung von Elektronenstrahlen II.
Z.Phys. 139 (1954) 103
MOLIÈRE,K. u.H.NIEHRS, Interferenzbrechung von Elektronenstrahlen III.
Z.Phys. 140 (1955) 581

3) COWLEY,J.M., P.GOODMAN u.A.L.G.REES, Crystal Structure Analysis from Fine Structure in Electron Diffraction Patterns.
Acta Cryst. 10 (1957) 19

4) MOLIÈRE,K. u.H.WAGENFELD, Interferenzbrechung von Elektronenwellen in durchstrahlten Mikrokristallen bei simultaner Anregung mehrerer Interferenzen.
Z.Kristallographie 110 (1958) 3

5) COWLEY,J.M., Structure Analysis of Single Crystals by Electron Diffraction I., II.
Acta Cryst. 6 (1953) 516 ; 522

6) PINSKER,Z.G., B.K.VAINSHTEIN, Survey of Electron Diffraction Structural Analysis.
Sov.Phys., Crystallogr. 2 (1957) 551

7) LEISEGANG,S., Handbuch d.Physik Bd. 33, S.526, Springer 1956

8) RIECKE,W.D., Investigation of High Resolution Electron Diffraction Patterns from Individual Micro-Crystals by Using a Three-Stage Electron Microscope.
Proc.Stockholm Conference on Electron Microscopy 1956 S.99

9) RAETHER,H., Handbuch d.Physik Bd.32, S.461, Springer 1957
Auf S.460 findet man auch eine kurze Erklärung für die Ewaldsche Ausbreitungskugel.

10) LAUE,M. von, Materiewellen und ihre Interferenzen, S.161 Akademische Verlagsgesellschaft, Leipzig 1948

11) BETHE,H., Theorie der Beugung von Elektronen an Kristallen. Ann.Phys. 87 (1928) 55

12) FINCH,G.J., A.G.QUARRELL u.H.WILMAN, Electron Diffraction and Surface Structure.
Trans.Faraday Soc. 31 (1935) 1051

13) BOERSCH,H., Das Elektronenschattenmikroskop.
Z.techn.Phys. 20 (1939) 346

14) THIESSEN,P.A. u.Th.SCHOON, Ein handliches Elektronenbeugungsgerät und seine Anwendung zur Bestimmung des inneren Potentials von Ionenkristallgittern.
Z.physikal.Chem. Abt.B 36 (1937) 195

15) HEISE,F., Ein Zusatzgerät für Elektronenbeugung mit streifendem Einfall.
Optik 9 (1952) 139

16) LADAGE,A., Elektroneninterferenzen an elektrolytisch polierten Oberflächen nach Kathodenzerstäubung.
Z.Phys. 144 (1956) 354

17) RIECKE,D.W., Über ein Elektronenbeugungsgerät mit Hilfselektronenstrahl zum Erhitzen massiver Präparate.
Z.wissenschaftl.Mikroskopie u.mikroskop.Technik 36 (1958) 42

18) TRILLAT,J.J., Étude de structures superficielles par diffraction electronique et bombardement ionique combinés.
J.Chim.Phys. 53 (1956) 570

19) FENGLER,H., unveröffentlichte Diplomarbeit 1955, zitiert in "Interferenzbrechung von Elektronenstrahlen III"[2].

20) KEHCO,
zitiert in "Interferenzbrechung von Elektronenstrahlen III"[2]

21) KATO,N., Dynamical theory of electron diffraction for a finite polyhedral crystal I, II, III.
J.Phys.Soc.Japan 7 (1952) 397, 406
J.Phys.Soc.Japan 8 (1953) 350

22) s."Interferenzbrechung von Elektronenstrahlen II"[2], S.113

23) ARDENNE,M. von, Tabellen der Elektronenphysik, Ionenphysik und Übermikroskopie, S.175
Deutscher Verlag der Wissenschaften, Berlin 1956

Herrn Prof. Dr. K. Molière gilt mein besonderer Dank für die Themastellung zu dieser Arbeit und für viele anregende Diskussionen. Auch möchte ich Herrn K. Kambe für seine Diskussionsbereitschaft und für wertvolle Ratschläge sowie Herrn Prof. Dr. G. Borrmann für die Überlassung des MgO-Kristalls danken. Ganz besonders danke ich den Herren W. Schulz und H. Pühl für die sorgfältige mechanische Ausführung des Präparathalters und Herrn E. Schumann für seine Unterstützung beim Aufbau der Apparatur. - Der Max-Planck-Gesellschaft danke ich für die Gewährung eines Stipendiums.

Lebenslauf

Am 7.Februar 1928 wurde ich als Sohn des Brotfabrikanten Reinhold Lehmpfuhl und seiner Ehefrau Hedwig geb. Sponholz in Berlin-Pankow geboren.

Seit Ostern 1934 besuchte ich die 7. Grundschule in Berlin-Pankow und ab 1938 mit einigen Unterbrechungen die Günther-Ross-Oberschule in Berlin-Weißensee bis zur Ablegung der Reifeprüfung im Mai 1947. Vom Januar 1944 bis März 1945 war ich zum Luftwaffenhelfer-Einsatz einberufen. Ich kam im April in russische Gefangenschaft, wurde aber bereits nach drei Monaten entlassen.

Ab Herbst 1948 arbeitete ich als Praktikant im Institut für Schwingungsforschung an der Technischen Universität Berlin. Im Mai 1949 begann ich mein Physikstudium an der Freien Universität Berlin, bestand im Dezember 1951 die Diplomvorprüfung und begann im Herbst 1953 meine Diplomarbeit bei Herrn Prof. Dr.K. Molière im Fritz-Haber-Institut der Max-Planck-Gesellschaft. Im Juli 1956 schloß ich mein Studium mit der Diplomprüfung ab.

Die vorliegende Dissertation habe ich ebenfalls im Fritz-Haber-Institut auf Anregung von Herrn Prof. Dr.K. Molière durchgeführt.

Vervielfältigt: W. H I L K E , Berlin W 15,
Joachimstaler Straße 29 Tel.: 91 25 02